



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

OPTIMIZACIÓN ENERGÉTICA Y CINÉTICA DEL
PROCESO DE PASTEURIZACIÓN DE UN FLUIDO
MODELO EN UN INTERCAMBIADOR DE
SUPERFICIE RASPADA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO EN ALIMENTOS

PRESENTA:

RICARDO MOISÉS GONZÁLEZ REZA

ASESORES:

I.B.Q JOSÉ JAIME FLORES MINUTTI

M. EN C. MARÍA DE LA LUZ ZAMBRANO ZARAGOZA

CUAUTITLÁN IZCALLI, EDO. DE MEXICO 2012



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES**

U. N. A. M.
ASUNTO: VOTO APROBATORIO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

DRA. SUEMI RODRÍGUEZ ROMO
DIRECTORA DE LA FES CUAUTITLÁN
PRESENTE



ATN: L.A. ARACELI HERRERA HERNÁNDEZ
Jefa del Departamento de Exámenes
Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el Art. 28 del Reglamento de Exámenes Profesionales nos permitimos comunicar a usted que revisamos la Tesis:

Optimización energética y cinética del proceso de pasteurización de un fluido modelo en un intercambiador de superficie raspada

Que presenta el pasante: Ricardo Moisés González Reza

Con número de cuenta: 407048719 obtener el Título de: Ingeniero en Alimentos

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro **VOTO APROBATORIO**.

ATENTAMENTE

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPÍRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 25 de enero de 2012.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	IBQ. José Jaime Flores Minutti	
VOCAL	IA. Francisco Javier López Martínez	
SECRETARIO	IA. María Guadalupe López Franco	
1er SUPLENTE	M. en C. Víctor Manuel Avalos Avila	
2do SUPLENTE	IA. Pablo Leodegario Navarro González	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 120).
HHA/pm

ÍNDICE

Resumen	1
Introducción	2
Capítulo I Marco Teórico	
1.1 Pasteurización	4
1.1.1 Definición moderna de la pasteurización	6
1.1.2 Aplicación y alimentos pasteurizados	6
1.1.3 Pasteurización de alimentos envasados	7
1.1.4 Pasteurización de líquidos sin envasar	7
1.1.4.1 Intercambiadores de superficie raspada (ISR)	8
1.1.5 Optimización de la calidad del proceso	13
1.2 Cinética de reacción en alimentos	13
1.2.1 Velocidad de reacción y energía de activación	14
1.2.2 β – caroteno	15
1.2.3 Efecto del procesamiento en alimentos	16
1.2.3.1 Q_{10}	17
1.2.3.2 Factor de muerte térmica (Z)	18
1.2.3.3 Tiempo de reducción decimal (D)	18
1.3 Distribución de tiempos de residencia (DTR)	20
1.3.1 Definición	20
1.3.2 Método del trazador	20
1.3.2.1 Inyección y detección de la traza	21
1.3.2.2 Distribución de edades en un fluido (Curva E)	22
1.3.3 Importancia de la aplicación de DTR	23
1.4 Eficiencia Energética	24
1.4.1 Definición	24
1.4.2 Coeficiente convectivo (h)	25
1.4.3 Coeficiente global de transferencia de calor (U)	27
1.5 Optimización	29
1.5.1 Definición	29
1.5.2 Metodología de superficie de respuesta	29
1.5.2.1 Determinación de las condiciones óptimas	31

1.5.2.2 Diseños experimentales y aplicaciones	32
1.5.2.2.1 Diseño factorial de tres niveles	32
1.5.2.2.2 Diseño Box – Behnken	33
1.5.2.2.3 Diseño central compuesto	34

Capítulo II Metodología

2.1 Objetivo General	37
2.1.1 Objetivo particular 1	37
2.1.2 Objetivo particular 2	37
2.1.3 Objetivo particular 3	38
2.2 Materiales y métodos	39
2.2.1 Actividades preliminares	39
2.2.1.1 Curva de flujo de la bomba de diafragma	39
2.2.1.2 Caracterización reológica del fluido modelo	39
2.2.1.3 Determinación y cálculo de propiedades físicas y térmicas del fluido modelo	40
2.2.1.3.1 Densidad (ρ)	40
2.2.1.3.2 Capacidad calorífica (C_p)	40
2.2.1.3.3 Conductividad térmica (k_T)	42
2.2.1.3.4 Calorimetría	42
2.2.1.4 Elaboración de curva patrón del trazador y β – caroteno	43
2.2.2 Tiempos de residencia en las diferentes etapas del proceso de pasteurización	43
2.2.3 Cinética de degradación del β – caroteno	44
2.2.4 Efecto de la convección forzada en el proceso de pasteurización	46
2.3 Análisis estadístico	49

Capítulo III Resultados

3.1 Actividades preliminares	50
3.2 Tiempos de residencia	57
3.3 Optimización cinética	64
3.4 Optimización energética	75

Conclusiones y recomendaciones	88
---------------------------------------	----

Bibliografía	89
---------------------	----

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1.1 Propósito de la pasteurización en algunos alimentos	6
Cuadro 1.2 Características de diseño del intercambiador de superficie raspada	10
Cuadro 1.3 Formas ideales de inyección del trazador	21
Cuadro 1.4 Matriz experimental para diseño factorial y Box –Behnken	34
Cuadro 1.5 Matrices experimentales para un diseño central compuesto	36
Cuadro 2.1 Coeficientes evaluados a diferentes concentraciones de CMC	41
Cuadro 2.2 Criterio de régimen de flujo en ISR	47
Cuadro 2.3 Cuadro de variables en el diseño central compuesto	49
Cuadro 3.1 Velocidades de cizalla determinadas para la prueba reológica simple	51
Cuadro 3.2 Parámetros reológicos del fluido modelo a diferentes temperaturas	53
Cuadro 3.3 Tiempos de residencia obtenidos en las diferentes etapas del proceso	63
Cuadro 3.4 Análisis de varianza para la optimización cinética	64
Cuadro 3.5 Coeficientes de regresión codificados para la optimización cinética (E_a y k)	65
Cuadro 3.6 Coeficientes de regresión codificados para la optimización cinética (D)	70
Cuadro 3.7 Valores de factor de muerte térmica y Q_{10} a diferentes tasas de flujo	72
Cuadro 3.8 Análisis de varianza para la optimización energética	75
Cuadro 3.9 Coeficientes de regresión codificados optimización energética (h_{cal})	76
Cuadro 3.10 Coeficientes convectivos del fluido modelo en la etapa de enfriamiento	78
Cuadro 3.11 Número de Taylor generalizado etapas de calentamiento y enfriamiento	81
Cuadro 3.12 Coeficientes de regresión codificados optimización energética (U_{cal})	82
Cuadro 3.13 Coeficientes globales de transferencia en la etapa de enfriamiento	84

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Procesamiento térmico de alimentos	5
Figura 1.2 Diagrama isométrico del intercambiador de superficie raspada	11
Figura 1.3 Diagrama de flujo del intercambiador de superficie raspada	12
Figura 1.4 Estructura química del β – caroteno	16
Figura 1.5 Dependencia de la E_a en función de la temperatura y Q_{10}	17
Figura 1.6 Dependencia de la E_a función de la temperatura y Z	18

Figura 1.7 Ejemplo esquemático de una curva de TMT y el valor Z	19
Figura 1.8 Curva de distribución de tiempos de residencia (E)	23
Figura 1.9 Diseños factoriales y Box-Behnken para optimización	33
Figura 1.10 Diseño central compuestos para la optimización	35
Figura 2.1 Capacidad calorífica y porcentaje de error vs temperatura de CMC	42
Figura 3.1 Curva de flujo de la bomba de diafragma	50
Figura 3.2 Reogramas del fluido modelo a diferentes temperaturas	52
Figura 3.3 Conductividad térmica del fluido modelo a diferentes temperaturas	54
Figura 3.4 Flujos de calor de la CMC	55
Figura 3.5 Curva de concentración vs absorbancia de colorante azul número 5	56
Figura 3.6 Curva de concentración vs absorbancia del β – Caroteno	57
Figura 3.7 Efecto de la tasa de flujo en los tiempos de residencia totales	59
Figura 3.8 Efecto de la presión en los tiempos de residencia Cal + Sost	60
Figura 3.9 Curva de edades (E) para tiempos de residencia de calentamiento	62
Figura 3.10 Efecto de la velocidad de flujo vs presión sobre la Ea	66
Figura 3.11 Gráfico de contorno Ea vs flujo, presión	67
Figura 3.12 Interacción de velocidad de las aspas y la presión sobre la Ea	68
Figura 3.13 Gráfico de contorno Ea vs velocidad de las aspas, Presión	68
Figura 3.14 Interacción de la velocidad de las aspas y la presión sobre k	69
Figura 3.15 Interacción presión del vapor y velocidad de las aspas sobre D	70
Figura 3.16 Gráfico de contorno D vs presión, flujo	71
Figura 3.17 Gráfico de contornos sobrepuestos k vs Ea vs D	73
Figura 3.18 Compuesto conveniencia para la optimización cinética	74
Figura 3.19 Efecto velocidad de las aspas vs presión en h_{cal}	77
Figura 3.20 Gráfico de contorno h_{cal} vs flujo, velocidad de las aspas	78
Figura 3.21 Distribución de la temperatura de CMC durante la etapa de enfriamiento	79
Figura 3.22 Formación de vórtices de Taylor en un ISR	81
Figura 3.23 Interacción velocidad de las aspas y presión en U_{cal}	83
Figura 3.24 Gráfico de contorno U_{cal} vs velocidad de las aspas, presión	83
Figura 3.25 Interacción flujo y velocidad de las aspas sobre U_{cal}	85
Figura 3.26 Gráfico de contorno U_{cal} vs flujo, Presión	85
Figura 3.27 Gráfico de contornos sobrepuestos U_{cal} y h_{cal}	86
Figura 3.28 Compuesto conveniencia para la optimización energética	87

NOMENCLATURA

A	Área (m ²)	T _v	Temperatura del vapor (°C)
C	Concentración final de β – caroteno (µg/mL)	t	Tiempo (min).
C(t)	Concentración a la salida al tiempo t(% w/w)	\bar{t}	Tiempo de residencia medio (min)
Co	Concentración inicial de β – caroteno (µg/mL)	Ta	Número de Taylor (-)
Cp	Capacidad calorífica (kJ/kg°C)	TR	Tiempo de residencia (min)
d	Diámetro (m)	U	Coefficiente global de transferencia (W/m ² °C)
D	Tiempo de reducción decimal (min)	v	Velocidad (m/s)
D _H	Diámetro hidráulico (m)	X	Espesor de la pared (m)
Dr	Diámetro del rotor (m)	x	Eigenvalores (Velocidad de alimentación)
Ds	Diámetro del cilindro interno (m)	y	Eigenvalores (Presión del vapor)
E(Θ)	Función normalizada (-)	z	Eigenvalores (Velocidad de las aspas)
Ea	Energía de activación (kJ/mol), (kJ/gβC)	Z	Constante de muerte térmica (°C)
g	Gravedad (9.81m ² /s)	ΔH	Calor latente (kJ/kg)
h	Coefficiente convectivo (W/m ² °C)	ΔT	Diferencia de temperatura (°C)
K	Índice de consistencia (Pa s ⁿ)	ΔT ₁	Diferencia de temperatura entre el fluido de servicio y de proceso a la entrada (°C)
k	Velocidad de degradación (min ⁻¹)	ΔT ₂	Diferencia de temperaturas entre el fluido de servicio y de proceso a la salida(°C)
k _o	Factor pre-exponencial (min ⁻¹)		
K _T	Conductividad térmica (W/m°C)		
LMTD	Temperatura media logarítmica (°C)		
n	Índice de comportamiento al flujo (-)		
Nu	Número de Nusselt (-)		
Q̇	Flujo volumétrico (m ³ /s)	<i>Letras Griegas</i>	
P	Presión (Bar)	α	Nivel de significancia (-)
Pr	Número de Prandtl (-)	ρ	Densidad (kg/m ³)
q	Flujo de calor por convección (W/m ²)	ρ _{rel}	Densidad relativa (-)
Q ₁₀	Factor de cambio de velocidad (-)	τ	Esfuerzo cortante (Pa)
R	Constante de los gases ideales (8.314 J/mol°K)	Θ	Tiempo normalizado (-)
Re	Número de Reynolds (-)	Ω	Velocidad angular (s ⁻¹)
R _H	Radio Hidráulico (m)	γ̇	Velocidad de cizalla (s ⁻¹)
Rr	Radio del rotor (m)	μ	Viscosidad (Pa s)
Rs	Radio del rotor (m)		
T	Temperatura (°C)		

RESUMEN

Metodología de superficie de respuesta (MSR) fue utilizada para determinar las condiciones óptimas del proceso de pasteurización en un intercambiador de superficie raspada, utilizando una dispersión de CMC como fluido modelo, analizando la cinética de degradación del β – caroteno y la transferencia de energía por convección forzada. Se estudiaron los efectos de la velocidad de flujo, presión del vapor y la velocidad de rotación de las aspas sobre parámetros cinéticos fundamentales (E_a y k), el efecto en alimentos (D , Z y Q_{10}) así como sobre los coeficientes de transferencia de energía (h y U) en las etapas de calentamiento y enfriamiento del sistema.

Se aplicó un diseño central compuesto con 3 factores y 3 puntos centrales. La variable con mayor influencia sobre el estudio cinético fue la velocidad de flujo en el ISR, a los niveles estudiados ($p \geq 0.000$). Las condiciones óptimas de proceso obtenidas mediante la cinética de degradación del β – caroteno fueron una velocidad de flujo del 78.5%, velocidad de las aspas de 368 RPM y una presión del sistema de 1.3 Bar con un óptimo de valor de $E_a = 1.5$ kJ/g β C, $k = 0.5$ min⁻¹ y $D = 5$ y un compuesto conveniencia de 1, de acuerdo al modelo de superficie de respuesta obtenido.

La optimización energética indica que la variable con menos influencia estadísticamente es la velocidad de las aspas ($p \geq 0.017$), Los valores óptimos se establecieron; $h_{cal} = 3000$ W/m² °C y $U_{cal} = 730$ W/m² °C, obteniéndose así las condiciones energéticas óptimas del proceso de pasteurización, las cuales fueron 80% de la velocidad de flujo de la bomba, presión de 0.9 Bar y una velocidad de las aspas de 211 RPM obteniéndose un compuesto conveniencia de 0.94592.

INTRODUCCIÓN

Muchos alimentos son tratados con calor, por diversas razones, el efecto del tratamiento térmico en la calidad de los alimentos es un tema muy importante. El tratamiento térmico es uno de los procesos más utilizados en la industria alimentaria, su concepto se basa en calentar el producto durante un determinado periodo de tiempo a una cierta temperatura. El efecto de la temperatura es uno de los más importantes cuando de cinética se trata y en la ciencia de los alimentos no es la excepción (Sun, 2006; Van Boekel, 2009). Dentro de los procesos térmicos se encuentra la pasteurización, que es un tratamiento suave, por lo general por debajo de los 100 °C, para inactivar o reducir microorganismos vegetativos y reducir actividades enzimáticas (Richardson, 2004).

Los factores más importantes en la pasteurización son la temperatura y el tiempo. Cuando los tiempos de calentamiento son elegidos, la atención se centra solo en los tiempos de mantenimiento a la temperatura del proceso establecido para los productos alimenticios con calentamiento por convección. Sin embargo, igualmente importante es el tiempo necesario para calentar y enfriar el producto y de la temperatura del proceso deseado (Richardson, 2004).

Por lo general, los distintos elementos del fluido al seguir diferentes caminos a lo largo del intercambiador tardarán tiempos diferentes en pasar a través de este. La distribución de estos tiempos en la corriente de fluido que sale del recipiente se denomina distribución de la edad a la salida, o distribución del tiempo de residencia (DTR) del fluido. Es conveniente representar la DTR de tal manera que el área bajo la curva sea la unidad (Levenspiel, 1999).

El reto de desarrollar un tratamiento térmico para la industria alimentaria es evitar la degradación de componentes termolábiles debido a factores propios del tratamiento, así como preservar las características sensoriales y organolépticas del producto. La mayoría de los cambios que se producen en los alimentos como resultado de la pasteurización en sus componentes termolábiles se pueden cuantificar con una cinética de degradación de primer orden; los modelos cinéticos son herramientas útiles para la cuantificación de la

inactivación térmica de microorganismos o enzimas y también los cambios de calidad, por tanto, el conocimiento sobre cómo la cinética de degradación se ve afectada por los cambios de temperatura es esencial (Sun, 2006; Simpson, 2009; Van Boekel, 2009).

Cambios de color en alimentos pueden estar asociados a diversas reacciones, como la destrucción de pigmentos (carotenoides y clorofilas) y no a las reacciones de oscurecimiento enzimático como Maillard. La retención de color total puede ser utilizada como un indicador de calidad para evaluar el grado de deterioro debido al proceso. Intercambiadores de superficie raspada (ISR) se utilizan principalmente en la industria alimentaria para la transformación de productos de alta viscosidad, como crema, helado, concentrados de fruta entre otros. El comportamiento de flujo es relativamente bien conocido y sobre todo depende de la velocidad de giro del rotor (Ávila & Silva, 1999; Mabit y col., 2003).

La eficiencia energética es vital para cualquier proceso térmico. Como se sabe el coeficiente convectivo y coeficiente global de transferencia de calor son función de la geometría del sistema, de las propiedades del fluido, de la velocidad del flujo y de la diferencia de temperaturas. En muchos casos existen correlaciones empíricas para predecir este coeficiente, pues es muy común que no pueda determinarse por medios teóricos (Geankoplis, 1998)

Puesto que se sabe que cuando un fluido fluye por una superficie hay una capa delgada casi estacionaria adyacente a la pared que presenta la mayor parte de la resistencia a la transferencia de calor, es necesario determinar estos parámetros. Para todo aquello antes mencionado es factible optimizar este proceso para seleccionar, a partir de un conjunto de alternativas posibles, aquella que mejor satisfaga los objetivos propuestos (Geankoplis, 1998; Almeida Bezerra y col., 2008).

CAPÍTULO I MARCO TEÓRICO

1.1 PASTEURIZACIÓN

La pasteurización es un método clásico de conservación de alimentos que contribuye a extender la vida útil de los alimentos mediante la inactivación de células vegetativas de patógenos y microorganismos no deseados, con temperaturas de procesamiento entre 65 y 95 ° C (Simpson, 2009).

Las primeras investigaciones sobre la pasteurización se llevaron a cabo en 1765 por Spallanzani que utilizó un tratamiento térmico para retrasar el deterioro y conservar un extracto de carne. De 1862 a 1864, Pasteur demostró que a temperaturas de 50 a 60 °C durante un corto período de tiempo eran efectivas para la eliminación microorganismos que causaban cambios de deterioro en vino, posteriormente investigó el deterioro en cerveza (Simpson, 2009).

El proceso consiste en el calentamiento de un producto alimenticio alrededor de 60 °C para después mantener esta temperatura durante unos minutos con la finalidad de inactivar o eliminar aquellos microorganismos no esporulados causantes de la alteración. El proceso estabiliza el producto durante un cierto tiempo, sin variación severa de sus características organolépticas originales (Dilay y col., 2006).

La palabra "pasteurización" tiene su origen en el trabajo del científico francés Louis Pasteur, y se refiere a un tratamiento térmico suave (50 - 90 ° C) que se utiliza para la conservación de los alimentos, que tiene como principio inactivar las formas vegetativas de los microorganismos patógenos. Por tanto la conservación en refrigeración, atmosferas modificadas, adición de conservadores o una combinación de dichos tratamientos es necesaria para la estabilización del producto (Simpson, 2009).

Algunas excepciones se presentan en alimentos procesados que contienen componentes o ingredientes que tienen efectos antimicrobianos, alimentos fermentados que contienen

alcohol o ácidos (vino, cerveza), bebidas gaseosas (refrescos), alimentos con actividad de agua (A_w) < 0.65 ó sólidos solubles > 70 °Brix (miel, mermeladas, jaleas, concentrados de fruta). Otras excepciones son los alimentos con un pH < 4.6 ya que son estables en condiciones ambientales después de un proceso de pasteurización (Simpson, 2009).

Para alimentos con pH < 4.6 un proceso de pasteurización permite alargar la vida útil a temperatura ambiente (varios meses), y si se utiliza el almacenamiento refrigerado, se puede aplicar una pasteurización suave, mejorando la calidad del producto. En los alimentos con un nivel bajo de acidez (pH > 4.6) que tienen tiempos cortos de vida útil (varios días), es necesario el almacenamiento refrigerado con la finalidad de mantener la calidad sanitaria y durante el almacenamiento al restringir el crecimiento de patógenos sobrevivientes como los formadores de esporas en el producto (Simpson, 2009).

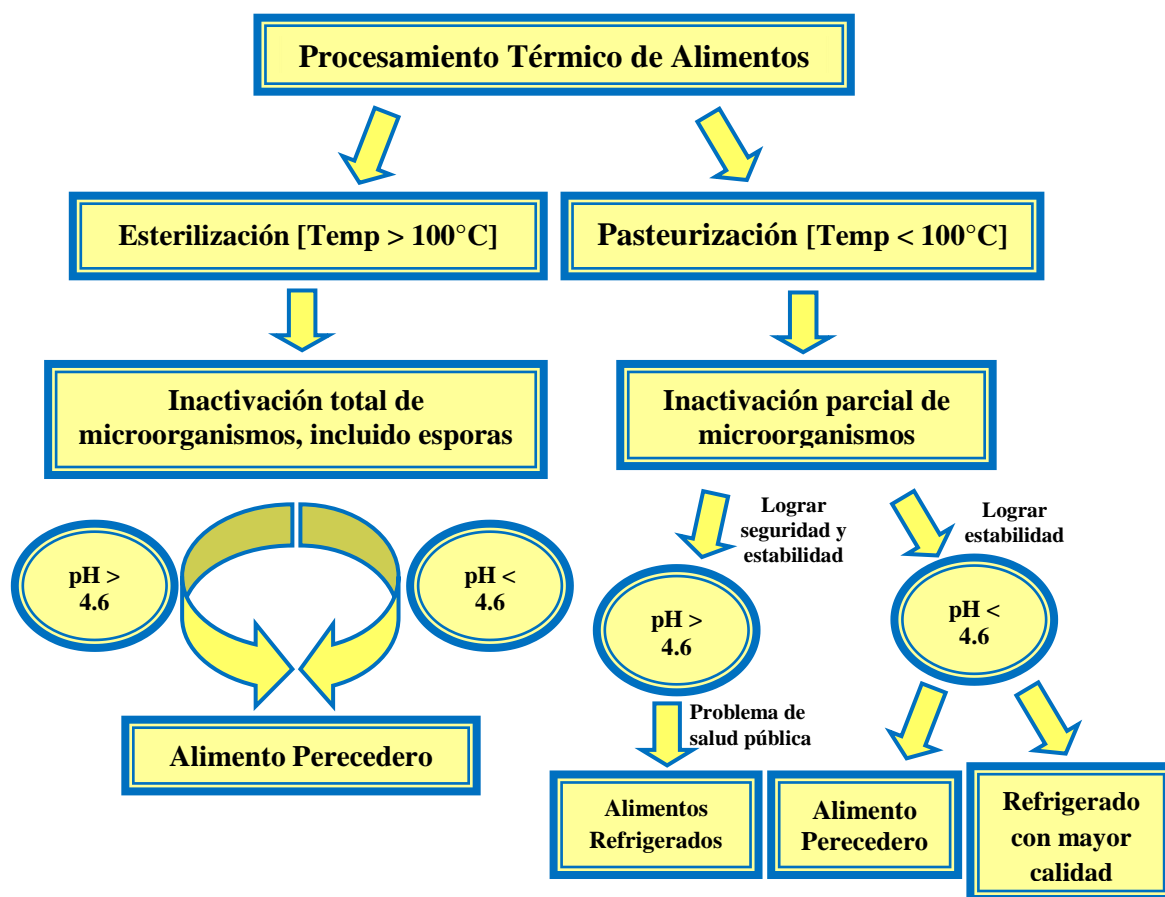


Figura 1.1 Procesamiento térmico de alimentos (Simpson, 2009).

1.1.1 DEFINICIÓN MODERNA DE LA PASTEURIZACIÓN

La pasteurización se ha redefinido recientemente por el Departamento de Agricultura de los E.U.A. como “Cualquier proceso, tratamiento o combinación de los mismos, que se aplica a los alimentos para reducir el número microorganismos más resistentes a un nivel que no es probable que presente un riesgo para la salud pública en condiciones normales de distribución y almacenamiento” (NACMCF, 2006).

Si bien el tratamiento térmico es el método más antiguo de pasteurización, esta definición incluye procesos no térmicos tales como la alta presión e impulsos eléctricos. Recientemente se han investigados los efectos de este tipo de procesamiento sobre el contenido de microorganismos y propiedades en los alimentos (Simpson, 2009).

1.1.2 APLICACIÓN Y ALIMENTOS PASTEURIZADOS

La pasteurización tiene diferentes indicadores para la evaluación y medición de la efectividad del proceso en alimentos como se muestra a continuación

Cuadro 1.1 Propósito de la pasteurización en algunos alimentos (Fellows, 2000)

Alimento	Objetivo Principal	Objetivo Secundario	Mínimas Condiciones de Procesamiento
Jugo de Frutas	Inactivación enzimática (Pectinesterasa y poligalacturonasa)	Destrucción de hongos y levaduras	65 °C 30 min 77 °C 1 min 88 °C 15 s
Cerveza	Destrucción de microorganismos adulterantes (levaduras salvajes, lactobacilos) y levaduras residuales (<i>Saccharomyces</i>)	-----	65 – 68 °C por 20 min 72–75 °C por 1–4 min a 900–1000 kPa
Leche	Destrucción de microorganismos <i>Brucella abortis</i> , <i>Mycobacterium tuberculosis</i> , (<i>Coxiella burnettii</i>)	Destrucción de desperdicios, M.O. y enzimas	63 °C por 30 min 71.5 °C por 15 s
Huevo Líquido	Destrucción de los patógenos <i>Salmonella seftenburg</i>	Destrucción de desperdicios y M.O.	64.4 °C por 2.5 min 60 °C por 3.5 min
Helado	Destrucción de patógenos	Destrucción de desperdicios y M.O.	65 °C por 30 min 71 °C por 10 min 80 °C por 15 s

Este tratamiento térmico es aplicado a productos como la leche, crema, jugo, cerveza, algunas salsas, bebidas carbonatadas, encurtidos e ingredientes alimentarios para prolongar su vida de anaquel sin riesgos a la salud (Ibarrola y col., 2002; Simpson, 2009).

1.1.3 PASTEURIZACIÓN DE ALIMENTOS ENVASADOS

Muchos de los alimentos líquidos como cerveza y jugos de frutas son pasteurizados directamente en el envase, prefiriéndose para este fin los envases de vidrio reduciendo con esto, el riesgo de fracturas por cambios bruscos de temperatura (Fellows, 2000).

Los equipos en los que se lleva a cabo por lotes, se componen por un baño de agua en la que los envases se calientan a temperatura preestablecida manteniéndolos así por el tiempo de proceso calculado, una vez concluida la etapa de calentamiento se elimina el agua y se bombea agua fría para provocar el choque térmico del producto. Los sistemas continuos consisten de un canal estrecho y largo equipado con una cinta transportadora por donde se llevan los contenedores a través de las etapas de calentamiento y enfriamiento (Fellows, 2000), otra forma de llevar a cabo la pasteurización, es mediante la utilización de un túnel dividido en una serie de zonas de calentamiento.

1.1.4 PASTEURIZACIÓN DE LÍQUIDOS SIN ENVASAR

Para llevar a cabo la pasteurización de líquidos de baja viscosidad (leche, productos lácteos, jugos de frutas, huevo líquido, cerveza y vino) se emplean diferentes tipos de intercambiadores de calor, siendo los más sencillos y utilizados para la pasteurización de lotes a pequeña escala las marmitas. Sin embargo por lo general se emplean intercambiadores de placas, tomando en consideración en estos casos la deaeración del producto que pudiese propiciar la oxidación de componentes durante el almacenamiento para lo que es necesario el empleo de una bomba de vacío previo a la pasteurización en este tipo de equipo. (Fellows, 2000).

1.1.4.1 INTERCAMBIADORES DE SUPERFICIE RASPADA (ISR)

El intercambiador de superficie raspada es una pieza de equipo especializado de transferencia de calor, que fue patentado en 1926 por Clarence Vogt, en un esfuerzo para desarrollar un congelador más eficiente para hacer helados. El diseño incorpora una acción de raspado para evitar la acumulación de helado congelado en las superficies de transferencia de calor. El concepto fue un éxito. Continuamente la eficiencia térmica se ha mejorado y la capacidad de producción ha aumentado considerablemente (APV, 1999).

Los intercambiadores de superficie raspada equipados con sistemas mecánicos de mezclado y raspado son ampliamente utilizados para optimizar los procesos de transferencia de calor (ambos calentamiento-enfriamiento), utilizados principalmente para alimentos parcialmente fluidos o viscosos. (Rao & Hartel, 2006).

El principio de funcionamiento de estos intercambiadores radica en la rotación de un rotor equipado con hojas flotantes que periódicamente raspan la superficie interna del intercambiador con el fin de evitar obstrucciones e incrustaciones y para inducir la transferencia de energía. Sin embargo, parece que el tratamiento térmico y mecánico recibido por el producto viscoso es diferente, dependiendo de las condiciones de operación (tiempo de residencia, viscosidad, etc.) (Mabit y col., 2008).

La industria de alimentos está en continua búsqueda de sistemas de proceso que sean capaces de reducir costos y tener mejor calidad de los productos. Los procesos de optimización de transferencia de calor son de interés prioritario para muchos alimentos que requieren de calentamiento, enfriamiento y mezclado. En los intercambiadores de calor como el mostrado en la Figura 1.2 el alimento se bombea axialmente a través de la longitud cilíndrica anular. El cilindro externo algunas veces llamado “estator” es calentado o enfriado y el cilindro interior denominado “rotor” que se encuentra aislado térmicamente, gira a la velocidad preestablecida, en este las hojas unidas al rotor continuamente raspan el alimento desde el estator. Generalmente los intercambiadores de superficie raspada considera que la transferencia de calor llevada a cabo desde el estator a el alimento es

maximizada y distribuido lo mejor que sea posible en el alimento (Fitt y col., 2007; Nogami y col., 2010).

Los intercambiadores de superficie raspada actualmente son diseñados con diversas geometrías de tal manera que sean capaces de realizar un balance entre el fluido y la temperatura más homogéneamente, siendo además capaces de procesar productos con tamaños de partícula considerables que van desde los 13 a los 16 mm dependiendo de los criterios de diseño, en este tipo de materiales el consumo de energía se ve incrementado con la velocidad de rotación incrementándose con esto la energía transferida al producto, razón por la que esto debe de ser considerado en las etapas de enfriamiento. (Saraceno y col., 2011).

El Intercambiador de superficie raspada que se muestra en la figura 1.2 fue el empleado para este trabajo y está diseñado para el calentamiento y refrigeración de alimentos viscosos. El producto puede ser calentado con vapor en el primer cilindro (A) hasta temperaturas de 134 °C antes de ser enfriado en el segundo cilindro (B). Entre los dos cilindros, una selección de tubos para mantenimiento pueden instalarse según la aplicación.

Una bomba de diafragma (C) se utiliza para alimentar el intercambiador, con flujos variables de los 0 a 18 litros/hora. En combinación con los tubos de mantenimiento, ofrece una amplia gama de tiempos de residencia para la experimentación. Una válvula de contrapresión (D) a la salida del cilindro de enfriamiento permite que la presión del sistema pueda variar para evitar la ebullición del producto con los intercambiadores de calor. El vapor es suministrado mediante la válvula (PRV1) que es una válvula reguladora de presión. La presión puede ser regulada hasta una presión máxima de 3.8 Bar (55 psi), indicada en el manómetro de presión (PH), antes de ser activada la válvula de seguridad (PSV3). Esta descarga la presión en exceso sin causar daño al sistema por la parte trasera del equipo.

Los condensados formados en el cilindro de calentamiento (A) durante el proceso, son expulsados de la trampa de vapor (STL), manteniendo la presión del sistema. En el lado del

proceso, en el caso de bloqueo o en el que la válvula de contrapresión (D) haya sido cerrada una válvula de seguridad (PSV2) fija en 4 Bar (58 psi) aliviará la presión en el fluido de proceso mediante la expulsión de este a través de un tubo flexible que se puede dirigir a un recipiente contenedor. Los intercambiadores de calor trabajan de manera continua mediante el empleo de la rotación de las aspas en un eje en el cilindro de transferencia de calor. Estas aspas remueven producto de la superficie de los cilindros.

Cuadro 1.2 Características de diseño del intercambiador de superficie raspada [Armfield LTD]

Características	Dimensiones	Material
Área total (base)	0.04216 m ²	-----
Longitud exterior de los cilindros	0.345 m	-----
Longitud del rotor de los cilindros	0.240 m	-----
Ancho de las cuchillas	0.019 m	-----
Longitud de las cuchillas	0.098 m	-----
Número de cuchillas por rotor	4	Acero inoxidable A316 S.11
Distancia entre las cuchillas	0.0058 m	-----
Diámetro externo del rotor	0.02225 m	Acero inoxidable A316 S.11
Diámetro interno de la tubería del fluido de proceso	0.03895 m	Ac. Inoxidable A316 91b Ced. 40
Diámetro externo de la tubería del fluido de proceso	0.03931 m	Ac. Inoxidable A316 91b Ced. 40
Diámetro interno de la tubería del fluido de servicio	0.07160 m	Ac. Inoxidable A316 91b Ced. 40
Diámetro externo de la tubería del fluido de servicio	0.07610 m	Ac. Inoxidable A316 91b Ced. 40

Un revestimiento de cromo se ha puesto en el interior de los cilindros que promueve la transferencia de calor y ofrece “lubricación” para minimizar el desgaste de las aspas que son de acero inoxidable. Cuatro aspas flotantes se encuentran en cada eje de rotación. Cuando los ejes se colocan en cada cilindro, cuatro rodillos en el extremo opuesto proporcionan apoyo a la rotación, así como un empuje usando la superficie cuando las placas están en su posición.

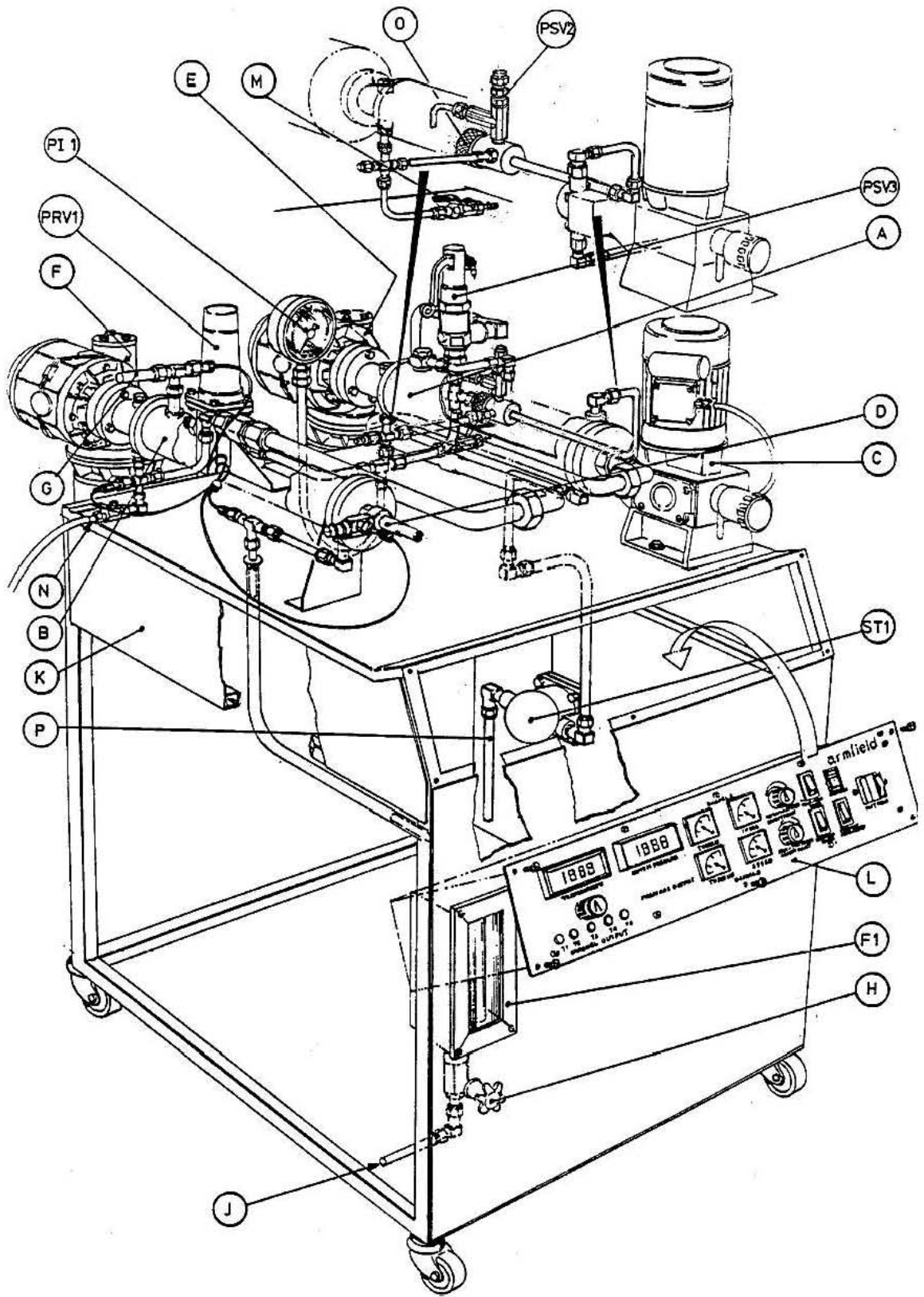
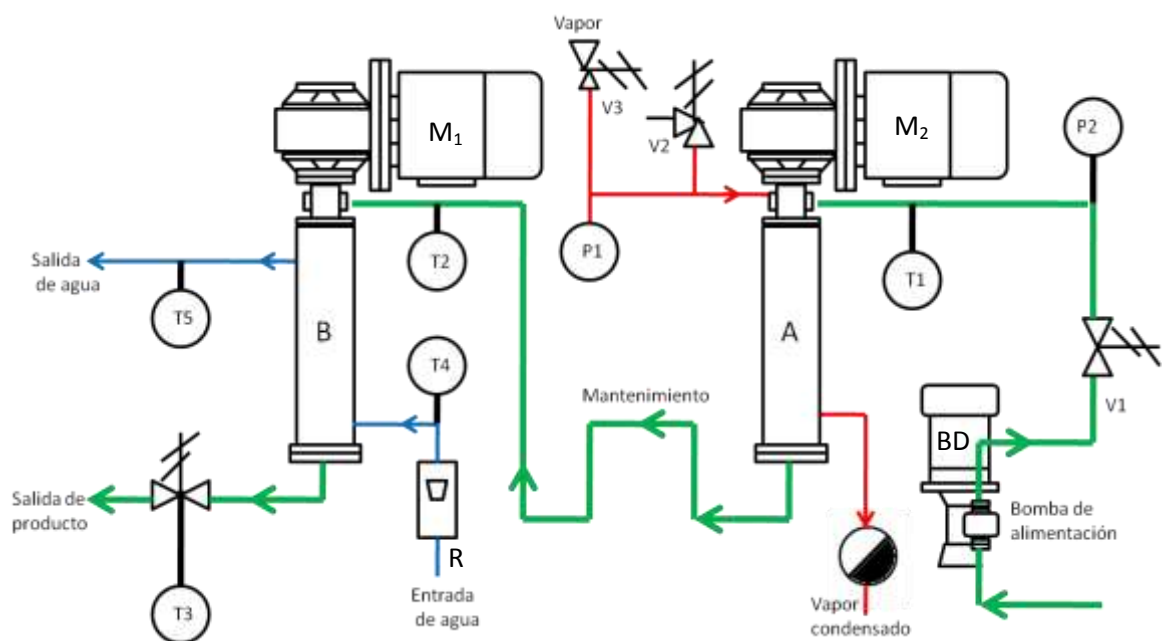


Figura 1.2 Diagrama isométrico del intercambiador de superficie raspada [ARMFIELD LTD]

Es necesario tener cuidado con las aspas para evitar que rasguen la superficie cromada del cilindro. El eje de las aspas es impulsado por el motor de velocidad variable ((E) y (F)), dando cambios en las velocidades de 0 a 400 RPM. El agua de enfriamiento es suministrada en el cilindro (B) a través de un rotámetro de área variable (F1) y se ajusta mediante la válvula (H), los flujos máximos que se pueden obtener son de 10 litros/min.

El grado de enfriamiento depende de la temperatura del agua de enfriamiento disponible, pero se puede incrementar si es necesario mediante la conexión a una recirculación de agua helada en la entrada (J) y salida (G) de lo contrario la salida se conecta simplemente al drenaje. Todos los equipos de procesamiento están montados en un estante móvil de acero inoxidable (K), que también alberga la consola de control (L).



T₁: Temperatura de entrada del fluido de proceso (°C)
 T₂: Temperatura de mantenimiento del proceso (°C)
 T₃: Temperatura de salida del fluido de proceso (°C)
 T₄: Temperatura a la entrada del fluido de servicio (°C)
 T₅: Temperatura a la salida del fluido de servicio (°C)

A: Cilindro de calentamiento
 B: Cilindro de enfriamiento
 BD: Bomba de diafragma
 V: Válvulas M: Motores
 R: Rotámetro P: Manómetros

Figura 1.3 Diagrama de flujo del intercambiador de superficie raspada (ARMPFIELD LTD)

1.1.5 OPTIMIZACIÓN DE LA CALIDAD DEL PROCESO

La aplicación de calor debe ser mínima y bien equilibrada, siendo suficiente para la descontaminación del producto, al tiempo que permita la retención máxima de la calidad original. El color, aroma, sabor, y textura, fácilmente percibidas por los consumidores, son generalmente reconocidos como los factores de calidad en el alimento, y se utilizan para la optimización del proceso (Simpson, 2009).

Son diversas las condiciones tiempo (t) – temperatura (T) que dan lugar a la inactivación de microorganismos y a la inhibición enzimática en un proceso térmico, por lo que es necesario seleccionar aquellas condiciones que causen menor impacto a la calidad nutricional y sensorial de los productos alimenticios. La optimización es posible porque la cinética de degradación térmica de los factores de calidad es mucho más sensible a la temperatura de inactivación de microorganismos, cuanto mayor sea la temperatura de pasteurización aplicada, menor será el tiempo requerido de operación (Simpson, 2009).

La pasteurización sigue siendo de uso común hoy en día, ya que representa un bajo costo en relación a otras tecnologías. Lo que la diferencia de la esterilización además del tiempo de vida útil, es que la pasteurización tiene menor pérdida de calidad en el alimento.

1.2 CINÉTICA DE REACCIÓN EN ALIMENTOS

Se entiende por reacción todo tipo de cambios que tienen lugar en los alimentos, ya sean químicos, enzimáticos, físicos o microbiológicos que pueden describirse mediante ecuaciones en un lenguaje matemático, el objetivo es analizar la cinética de reacciones en los alimentos en relación con su calidad (Van Boekel, 2009).

Se requieren por tanto conocimientos de química, física y microbiología, así mismo de la composición y estructura de los alimentos, para establecer y construir relaciones de los modelos matemáticos se pueden utilizar para diseñar, optimizar y predecir la calidad de los alimentos. Los efectos que ocurren durante el procesamiento de alimentos contienen

información sobre los mecanismos subyacentes que causan dichos cambios. Para extraer esta información, el uso de un modelo matemático que describe estos mecanismos y su cinética es esencial. La resolución de las ecuaciones resultantes muestra si los mecanismos de la hipótesis son consistentes con los datos (Van Boekel, 2009).

El mecanismo de reacción, la frecuencia de los encuentros, y la fracción de reactivo se encuentra en última instancia y determinan la dependencia de la velocidad de una reacción de la concentración. El efecto de la temperatura es uno de los efectos más importantes a considerar cuando se habla de la cinética en cualquier rama de la ciencia y la ciencia de los alimentos no es una excepción. Muchos alimentos son tratados con calor, por diversas razones, y el efecto del tratamiento térmico sobre la calidad de los alimentos es un tema muy importante (Van Boekel, 2009).

1.2.1 VELOCIDAD DE REACCIÓN Y ENERGÍA DE ACTIVACIÓN

La mayoría de las investigaciones en cinética de alimentos tienden a utilizar la ley de Arrhenius con la finalidad de obtener una energía de activación. Arrhenius dedujo su ecuación empírica, y tomó la iniciativa desde el punto de vista teórico, especialmente para las reacciones de gases, basado en la teoría de la colisión, que incorpora el tiempo a través de las velocidades moleculares y el número de orientación favorable de colisiones de alta energía (Van Boekel, 2009).

La ecuación de Arrhenius parece ser útil en muchas reacciones y por tanto se utiliza con frecuencia. A pesar de que puede ser una opción perfectamente aceptable en muchos casos (pero no en todos), parece apropiado para iniciar la discusión en un nivel fundamental, explicando los aspectos relevantes de la teoría del estado de transición, también conocida como la teoría del complejo activado o la teoría de la tasa absoluta (Van Boekel, 2009).

La ley de Arrhenius fue deducida empíricamente, pero se ha demostrado que es muy útil en la obtención y evaluación de una cinética de reacción, la ley se describe como:

$$k = k_o \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad [1.1]$$

Resulta interesante comparar la ley de Arrhenius, con la expresión derivada de la ecuación de estado de transición. La energía de activación se refiere a la relación exacta entre las entalpías de reacción (ΔH^+) además de comprenderse como la barrera de energía que las moléculas tienen que superar con el fin de ser capaces de reaccionar. La energía de activación para la inactivación microbiana está alrededor de los 300 kJ/mol (Van Boekel, 2009).

Muy a menudo, la ley de Arrhenius se presenta como una gráfica de $\ln k$ frente a T^{-1} , que debería traducirse en una línea recta (si la relación se mantiene). Probablemente sea una buena idea representar la cinética de esta manera ya que cualquier desviación de los datos de estas expresiones se hace inmediatamente evidente (Van Boekel, 2009).

La dependencia de las reacciones con la temperatura las hace aún más complejas. Es esencial tener en cuenta que el concepto de la teoría de transición de estado o la ley de Arrhenius es en sentido estricto y sólo es válido para las reacciones elementales. En los casos de reacciones complejas en donde la constante de velocidad está compuesta por más elementos involucrados la evaluación de la energía de activación se vuelve aún más complicada (Van Boekel, 2009). A continuación se describe el indicador térmico usado en el presente trabajo experimental.

1.2.2 β -CAROTENO

El β - caroteno es un importante miembro de la familia de pigmentos carotenoides de color naranja que se encuentra en muchas frutas y verduras. Como un precursor de retinol con una alta tasa de conversión, el β - caroteno provee una parte importante de la vitamina A en la dieta alimenticia (Yuan y col, 2008).

Retención de color, sabor y viscosidad durante el tratamiento térmico son algunos de los parámetros que interesa conservar en el producto. El mantenimiento de estos pigmentos de

color natural con textura deseada y propiedades viscoelásticas han sido un reto importante en la industria alimentaria (Dutta y col., 2006).

Varios factores son responsables de la degradación de los pigmentos y el color durante el procesamiento térmico de alimentos. Alimentos que contienen β - caroteno, muestran un cambio de color durante el tratamiento térmico ya que se induce la degradación, isomerización, oxidación e incluso hidroxilación (Dutta y col., 2006).

El jugo de zanahoria es uno de los alimentos con una gran cantidad de carotenos naturales. Su producción incluye varios pasos como el escaldado, acidificación, pasteurización, envasado, lo que conlleva a una degradación o conversión parcial de los carotenos, modelos de cinética térmica son esenciales para el diseño de nuevos procesos asegurando la máxima retención de los factores de calidad así como un alimento seguro (Marx y col., 2003; Dutta y col., 2006)

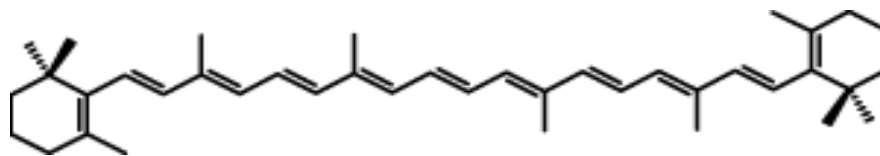


Figura 1.4 Estructura química del β - caroteno

La cinética de degradación de color en los alimentos es un fenómeno complejo y fiable ya que los modelos obtenidos pueden predecir cambios como una reacción química, cambios de estado y pueden ser utilizados para limitados cálculos de ingeniería incluyendo la optimización de un proceso (Dutta y col., 2006).

1.2.3 EFECTO DEL PROCESAMIENTO EN ALIMENTOS

Los parámetros utilizados en la evaluación del proceso de pasteurización son diversos y cumplen una función específica dentro de un análisis. Los parámetros evaluados en una cinética de reacción son en realidad todo lo que se necesita, sin embargo, se ha convertido en un hábito usar varios parámetros cinéticos en la ciencia de los alimentos. Todos estos

parámetros pueden estar relacionados con los parámetros más fundamentales que se han discutido anteriormente. A continuación se muestra una breve descripción de estos parámetros modernos con el fin de entender la relación que guardan con los parámetros fundamentales.

1.2.3.1 Q_{10}

El parámetro Q_{10} describe la dependencia de la temperatura de una reacción como el factor por el cual cambia la velocidad de reacción cuando la temperatura se incrementa en $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Van Boekel, 2009). Si la ecuación de Arrhenius se mantiene en reacción de primer orden, se puede decir que el factor Q_{10} se expresa como:

$$Q_{10} = \exp\left(\frac{10E_a}{RT^2}\right) \quad [1.2]$$

Un inconveniente se presenta cuando la energía de activación no incorpora el factor preexponencial o la entropía de activación. Por lo tanto, sólo tiene sentido utilizar el parámetro de Q_{10} para las reacciones que no difieren demasiado de la entropía de activación y el factor preexponencial (Van Boekel, 2009).

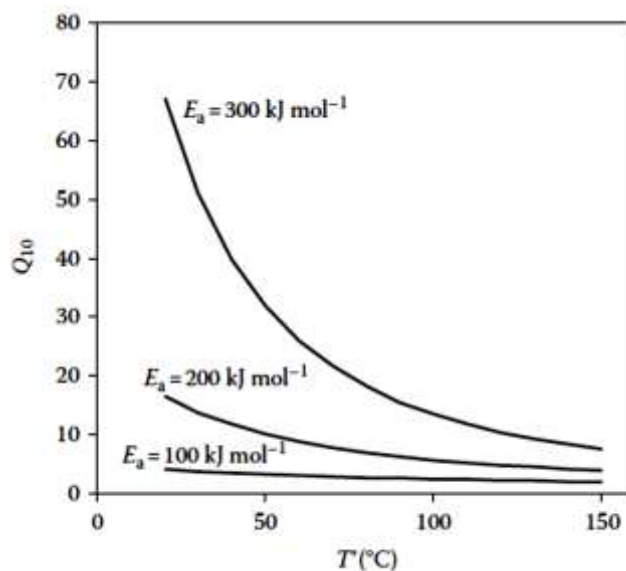


Figura 1.5 Dependencia de la E_a en función de la temperatura y Q_{10} (Van Boekel, 2009).

1.2.3.2 FACTOR DE MUERTE TÉRMICA (Z)

Otro parámetro para describir la dependencia de la temperatura es Z, que es el efecto del incremento de temperatura que se produce al aumento de la frecuencia por un factor de 10. Z se define como:

$$Z = \frac{2.303RT^2}{E_a} = \frac{10}{\log Q_{10}} \quad [1.3]$$

Al igual que el parámetro Q_{10} , Z depende de la temperatura que limita su uso. Este parámetro se utiliza con frecuencia en bacteriología para describir la inactivación de los microorganismos.

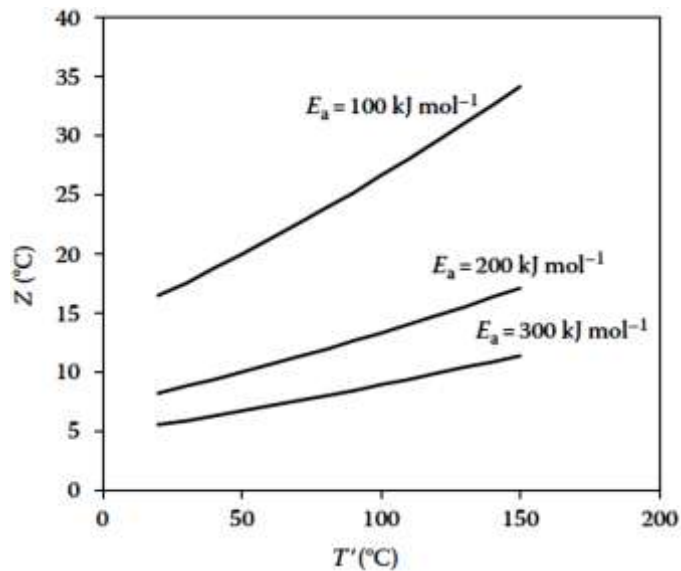


Figura 1.6 Dependencia de la Ea función de la temperatura y Z (Van Boekel, 2009).

1.2.3.3 TIEMPO DE REDUCCIÓN DECIMAL (D)

También se utiliza el parámetro D, especialmente en termobacteriología. Es el valor de reducción decimal y es el tiempo necesario para reducir la concentración por un factor de 10. D que es una constante de velocidad inversa. Para una reacción de primer orden:

$$D = \frac{2.303}{k} \quad [1.4]$$

Una representación de $\log D$ frente a T se toma generalmente para ser una línea recta (para un rango limitado de temperatura). D se relaciona con el valor de Z , al igual que k está relacionado con la Energía de activación:

$$\log D = \log D_{\text{ref}} - \frac{T' - T'_{\text{ref}}}{Z} \quad [1.5]$$

D_{ref} es el valor de referencia de D a la temperatura de referencia (a menudo elegido como 250 °F por razones históricas, que es igual a 121.1 °C). La ecuación (1.5) se conoce como la curva de TMT (tiempo de muerte térmica) o el modelo de Bigelow.

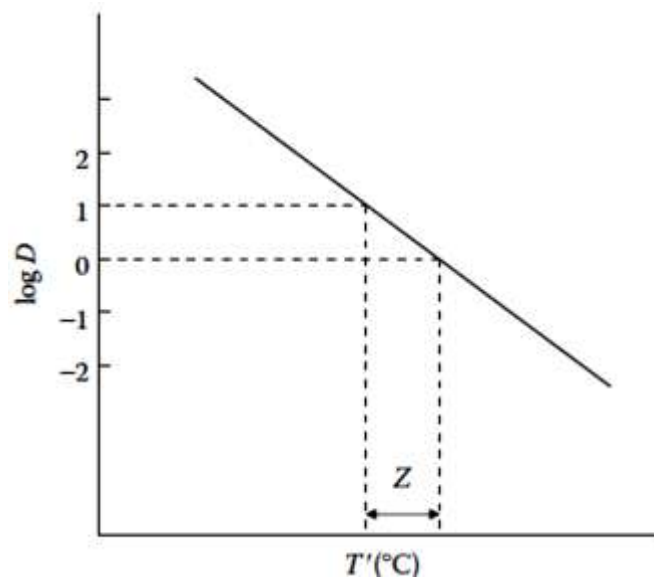


Figura 1.7 Ejemplo esquemático de una curva de TMT y el valor Z (Van Boekel, 2009).

Como se observa, todos estos términos se vinculan a los parámetros cinéticos más fundamentales. Estos se estiman en alimentos y reflejan una característica de dependencia de tiempo y temperatura (no pretenden que sean algo como energía de activación) y pueden ser utilizados para propósitos de ingeniería (Van Boekel, 2009).

1.3 DISTRIBUCIÓN DE TIEMPOS DE RESIDENCIA (DTR)

El caudal de un fluido puede ser descrito por dos diferentes enfoques: la mecánica de fluidos o la teoría de distribución de tiempos de residencia (DTR). Estudios se han realizado sobre la distribución de tiempos de residencia (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

1.3.1 DEFINICIÓN

El tiempo de residencia de un elemento de fluido se define como el tiempo transcurrido desde su entrada en el sistema hasta que se llegue a la salida. La distribución de estos tiempos se llama distribución de tiempos de residencia (DTR) función del fluido E o curva E y representa la fracción de líquido que sale del sistema en cada momento (Pinheiro Torres & Olivera, 1998). En procesos de pasteurización o sistemas continuos de flujo es importante su determinación por lo que se han desarrollado diversos métodos.

1.3.2 MÉTODO DEL TRAZADOR

El método del trazador consta de la caracterización de un fluido no ideal por medio de la distribución de salida de un indicador. Con este objeto se recurren a técnicas experimentales que engloban la denominación general de técnicas estímulo-respuesta. Este tipo de experimentación perturba al sistema mediante estímulos y se analiza como el sistema responde a ese estímulo. El estímulo se da mediante la inyección de un trazador en el fluido que entra al recipiente, mientras que la respuesta es una representación del trazador a la salida del recipiente frente al tiempo (Levenspiel, 1999).

En 1975 Wen y Fan resumieron los requisitos básicos para la selección de un trazador para los experimentos de DTR (Pinheiro Torres & Olivera, 1998):

- ✓ Debe ser miscible y tener propiedades físicas similares a las del fluido en investigación.
- ✓ Debe ser detectable con precisión en pequeñas cantidades, por lo que su introducción no afecta el patrón de flujo de la corriente del fluido principal.

- ✓ La concentración debe ser fácil de administrar y de la señal grabada debe ser proporcional a la concentración del marcador.
- ✓ La traza no debe presentar absorción en las paredes del recipiente.

En las determinaciones de DTR, un límite muy bajo de detección es necesario, porque sólo la señal de la primera respuesta es determinante, como lo subrayó Jordan y col. (1949), que mostró que la exactitud de la respuesta depende mucho del tipo de trazador y la concentración. Por otra parte para la determinación de DTR, los métodos precisos de detección son importantes, y la respuesta debe ser preferentemente proporcional a la concentración del trazador, por lo que el análisis se puede hacer directamente en la señal de respuesta (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

1.3.2.1 INYECCIÓN Y DETECCIÓN DE TRAZA

Inyecciones perfectas del trazador tienen la ventaja de producir curvas de DTR fáciles de analizar estadísticamente y matemáticamente. Algunas funciones de entrada comunes son de impulso, paso, purga y pulso. El cuadro 1.2 resume estas funciones en el tiempo y el dominio de Laplace, así como las funciones de salida correspondientes, los cuales están directamente relacionados con las curvas E o F (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

Cuadro 1.3 Formas ideales de inyección del trazador (representado en tiempo y dominio de Laplace) y correspondiente a las funciones de salida (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

Función de Salida	$C_i(t)$	$C_i(s)$	$C_e(t)$
Impulso	$C_i\delta(t)$	C_i	$C_iE(t)$
Paso	$C_iU(t)$	C_i/s	$C_iF(t)$
Purga	$C_i[1 - U(t)]$	$C_i(1 - 1/s)$	$C_i[1 - F(t)]$
Pulso	$C_i[U(t) - U(t - a)]$	$C_i[(1 - e^{-as})/s]$	$C_i[F(t) - F(t - a)]$

Si la inyección del trazador no es lo ideal, se requieren técnicas especiales para el análisis de la respuesta del marcador, y por lo tanto la medición de la respuesta de la inyección es

necesaria para la realización de un análisis de la inyección no ideal, aunque este hecho es a menudo pasado por alto en trabajos reportados (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

1.3.2.2 DISTRIBUCIÓN DE EDADES DE UN FLUIDO (CURVA E)

Los distintos elementos del fluido al seguir diferentes caminos tardarán diferentes tiempos en pasar a través del equipo. La distribución de estos tiempos en la corriente de fluido que sale del recipiente se denomina distribución de la edad a la salida E, o distribución del tiempo de residencia (DTR) del fluido (Levenspiel, 1999). Es conveniente representar la DTR de tal manera que el área bajo la curva sea la unidad, es decir:

$$\int_0^{\infty} E dt = 1 \quad [1.6]$$

Este procedimiento se denomina normalización de la distribución, y en la Fig. 1.8 se muestra esta distribución en forma normalizada. De acuerdo con esta representación la fracción de corriente de salida cuya edad (tiempo que permanece en el recipiente) está comprendida entre t y t + dt es:

$$E dt \quad [1.7]$$

La fracción con edad inferior a t_1 , es:

$$\int_0^{t_1} E dt \quad [1.8]$$

Mientras que la fracción de material con edad superior a t_1 , representada por el área sombreada en la Fig. 1.7, es:

$$\int_{t_1}^{\infty} E dt = 1 - \int_0^{t_1} E dt \quad [1.9]$$

La curva E es la distribución que ha de tenerse en cuenta en el flujo no ideal.

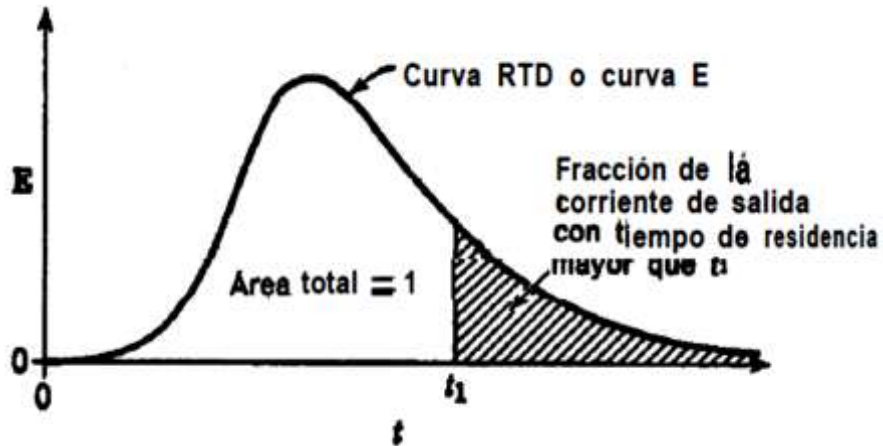


Figura 1.8 Curva de distribución de edad a la salida E para el fluido que pasa a través de un recipiente; también se denomina distribución del tiempo de residencia o DTR (Levenspiel, 1999).

1.3.3 IMPORTANCIA DE LA DETERMINACIÓN DE DTR

Este concepto ha sido ampliamente aplicado a procesos químicos y, más recientemente a aplicaciones ambientales y de biotecnología. En el área de alimentos el análisis de DTR se ha aplicado para evaluar efectos de procesamiento sobre las características del flujo en diferentes procesos, tales como extrusión o fermentación. Sin embargo en ingeniería en alimentos, el análisis de DTR tiene una aplicación más amplia en el procesamiento aséptico. Entre 1969 y 1994 se encontraron 165 referencias en Food Science and Technology Abstracts (FSTA), que corresponden a un promedio de cinco trabajos por año, un número relativamente bajo si se tiene en cuenta el impacto que estos estudios pueden tener en la evaluación y optimización de procesos y en el diagnóstico de un mal funcionamiento en la operación de un equipo (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

El procesamiento aséptico se aplica a una amplia gama de alimentos líquidos (leche, jugos y concentrados de frutas, nata, yogur, vino, aderezo para ensaladas, huevo y helados), los alimentos que contienen pequeñas partículas (queso, alimentos para bebés, productos de tomate, sopas y el arroz postres) y su aplicación a los alimentos de partículas grandes en la actualidad es un tema importante de investigación (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

Sin embargo, la importancia de los estudios de DTR se basan en su potencial de aplicación a estudios de optimización. Las condiciones tiempo/temperatura en un proceso térmico continuo, se ven limitadas por los requisitos de seguridad del producto (microorganismos o enzimas que causan degradación), mientras que la calidad del producto (por ejemplo, textura, color) se debe mantener al máximo (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

La seguridad del producto está relacionada con el tiempo mínimo de residencia, por lo tanto la optimización de los procesos asépticos se puede lograr no sólo mediante la elección adecuada de condiciones tiempo/temperatura, sino también mediante el control de las características del flujo. La teoría de DTR también puede aplicarse para la optimización del proceso en términos de costos de capital y de operación, aunque la optimización de procesos en términos de calidad de los productos es mucho más importante cuando se trata de alimentos (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

1.4 EFICIENCIA ENERGÉTICA

La termodinámica trata las transiciones cuantitativas y reacomodos de energía como calor en los cuerpos. La ciencia de la transferencia de calor está relacionada con la razón de intercambio de energía en tránsito debido a una diferencia de temperaturas en los cuerpos.

La transferencia de calor presente en fluidos de alta viscosidad puede ser sustancialmente mejorada utilizando intercambiadores de calor con el apoyo de un sistema de agitación mecánica, en ocasiones, para mejorar las condiciones de proceso, en procesos industriales es muy común el uso de intercambiadores de superficie raspada (Boccardi y col., 2010).

1.4.1 DEFINICIÓN

La eficiencia de la transferencia de calor depende de la geometría del intercambiador de calor y del agitador, los métodos de agitación, las características del fluido y las condiciones de intercambio de calor. Correlaciones utilizadas para representar el fenómeno

están estrechamente relacionadas con los parámetros anteriores y en general son apenas aplicables fuera del contexto (Boccardi y col., 2010).

1.4.2 COEFICIENTE CONVECTIVO

Entre los términos de estudio de la transferencia de calor se encuentra la convección forzada que es el intercambio de energía entre un fluido y una pared provocado por una fuente externa. El término convección proporciona al lector una noción intuitiva en lo referente al proceso de transferencia de calor; sin embargo, esta noción intuitiva debe ampliarse para permitir que se llegue a un tratamiento analítico adecuado del problema.

Este tipo de transferencia de calor puede ser descrito por la siguiente expresión:

$$q = h A \Delta T \quad [1.10]$$

Donde (h) es el coeficiente convectivo que está en función de la geometría del sistema, de las propiedades del fluido, de la velocidad del flujo y de la diferencia de temperaturas. En muchos casos existen correlaciones empíricas para predecir este coeficiente, pues es muy común que no pueda determinarse por medios teóricos. En algunos casos el fluido fluye por una superficie donde hay una capa delgada casi estacionaria adyacente a la pared, está presenta la mayor parte de la resistencia a la transferencia de calor, a menudo (h) se llama coeficiente de película (Geankoplis, 1998).

La mayoría de las correlaciones para predecir coeficientes de película h son semiempíricas y dependen de las propiedades físicas del fluido, del tipo y velocidad del flujo, de la diferencia de temperaturas y de la geometría del sistema físico individual considerado. Para establecer las relaciones de datos de los coeficientes convectivos se usan números adimensionales como los de Reynolds (Re) y Prandtl (Pr) (Geankoplis, 1998).

La transferencia de calor en intercambiadores de superficie raspada se analizó por primera vez en 1958 por Trommelen y Co-Worke. La transferencia de calor en ISR se centra

generalmente en la determinación de la correlación entre los números adimensionales (Nusselt, Prandtl y Reynolds). En los ISR el régimen de flujo influye de manera significativa en los coeficientes de transferencia de calor (Yataghene y col., 2009).

Härrod (1986) presentó una revisión de los ISR y varias correlaciones a diferentes condiciones de operación. El Número de Nusselt (Nu) está normalmente descrito por correlaciones empíricas (Yataghene y col., 2009) y la más común está expresada por:

$$\text{Nu} = a\text{Re}^b\text{Pr}^{0.33} \quad [1.11]$$

Donde Re es el número de Reynolds (indica la relación entre las fuerzas inerciales y las viscosas) y en ISR se representa como:

$$\text{Re}_{\text{axg}} = \frac{\rho v^{2-n} D_{\text{H}}^n}{K} \quad [1.12]$$

El número de Prandtl (Pr) indica la relación entre la difusividad de momento y la difusividad térmica y en ISR se representa como:

$$\text{Pr}_{\text{gen}} = \frac{C_p K}{K_T} \left(\frac{v}{D_h} \right)^{n-1} \quad [1.13]$$

Cuando se producen vórtices de Taylor se recomienda emplear el número de Taylor en las correlaciones empíricas, representado como:

$$\text{Ta}_{\text{gen}} = \sqrt{\frac{R_s - R_r}{R_r}} \left(\frac{\rho D_{\text{H}}^n}{2^n} \right) \left[\frac{(\Omega R_r)^{2-n}}{K} \right] \quad [1.14]$$

La presencia de altas tasas de corte en la región próxima a la punta de las cuchillas dispara la energía del líquido, causada por la fricción viscosa. La viscosidad cambia la distribución de la temperatura en el fluido de estudio y puede desempeñar un papel importante en el análisis térmico (Yataghene y col., 2009).

El número adimensional Nusselt (Nu) se usa para relacionar los datos del coeficiente convectivo con la conductividad térmica (k_t) del fluido y una dimensión característica como el diámetro (D) (Geankoplis, 1998):

$$\text{Nu} = \frac{hd}{k_t} \quad [1.15]$$

Diferentes condiciones de operación consideran la reología de los fluidos, la velocidad de rotación de las aspas, el régimen de flujo (laminar o turbulento), el número de cuchillas, correspondientes a varias aplicaciones industriales (Yataghene y col., 2009).

1.4.3 COEFICIENTE GLOBAL DE TRANSFERENCIA DE CALOR

El coeficiente global de transmisión de calor (U), que tiene en cuenta la resistencia global a la transferencia, incluida la pared y las resistencias individuales. El principio de funcionamiento de un intercambiador de superficie raspada se base en el constante movimiento del producto con el fin de minimizar la formación de las películas que sean una resistencia a la transferencia de calor (Nogami et al., 2010).

- ✓ El calor sensible: Calor que se produce por el aumento o la disminución de la temperatura de un producto (sin cambio de estado).
- ✓ El calor latente: Intercambio de calor asociado a un cambio físico en el material procesado.
- ✓ Energía de Reacción: Energía que se desprende (exotérmica) o que se absorbe (endotérmica) cuando dos o más sustancias químicas reaccionan.
- ✓ Energía Mecánica: La mayor parte de esta energía es absorbida en forma de calor en el producto en el intercambiador de calor (Inducida por el movimiento de las aspas).

Difícilmente dos materiales pueden estar en contacto directo. Como regla general, hay una superficie de transferencia de calor que interviene, tal como un tanque o la pared de un tubo. Esta superficie representa problemas para la transferencia de calor, ya que resiste el

paso de energía. Además induce resistencias relacionadas con arrastre hidráulico y la acumulación de depósitos u otras películas (APV, 1999).

Debido a que estas resistencias se encuentran en el mismo sistema se suman. Sin embargo al agitar el fluido de proceso como principio de funcionamiento del ISR la acumulación de residuos y depósitos en la pared se reduce haciendo que la resistencia a la transferencia de calor se reduzca al mínimo. La resistencia total a la transferencia de calor es entonces:

$$R = R_1 + R_2 + R_3 \quad [1.16]$$

La diferencia de temperaturas entre el producto y el medio es la fuerza motriz para impulsar a través de esta resistencia. Por lo tanto, la ecuación para la transferencia de calor es la siguiente:

$$\text{Velocidad de transferencia de calor (Watt/m}^2\text{)} = \frac{\text{Temperatura (}^\circ\text{C)}}{\text{Resistencia}} \quad [1.17]$$

Esta ecuación puede ser desarrollada en una forma útil al permitir que la diferencia de temperatura (ΔT) y la resistencia (R) sean relacionadas. Por lo tanto:

$$\text{Velocidad de transferencia de calor} = \frac{\Delta T}{R} \quad [1.18]$$

Por otra parte, tomando el inverso de la resistencia (conductancia), la ecuación de transferencia de calor es:

$$\frac{1}{R} = U \quad [1.19]$$

Intercambio de calor valores "U" en un intercambiador de calor de superficie rascada constan de tres partes como se muestra en la siguiente fórmula:

$$U = \frac{1}{R_1 + R_2 + R_3} [=] \frac{1}{\frac{1}{h_p} + \frac{x}{k_t} + \frac{1}{h_f}} \quad [1.20]$$

1.5 OPTIMIZACIÓN

Tradicionalmente, la optimización se ha llevado a cabo mediante el control de la influencia de un factor a la vez en un estudio de la respuesta. Mientras que sólo un parámetro se cambia, los demás se mantienen a un nivel constante.

Esta técnica de optimización que se llama una variable a un tiempo. Su principal inconveniente es que no incluye los efectos interactivos entre las variables estudiadas. Como consecuencia de ello, esta técnica no representa los efectos completos del parámetro respuesta.

1.5.1 DEFINICIÓN

Se entiende por optimización a la mejora del rendimiento de un sistema, un proceso o un producto con el fin de obtener el máximo beneficio de éste. La optimización ha sido utilizada como un medio para descubrir las condiciones en que se debe aplicar un procedimiento que produce la mejor respuesta posible (Almeida Bezerra y col., 2008).

Una desventaja de la optimización de un factor es el aumento en el número de experimentos necesarios para llevar a cabo la investigación, que conduce a un aumento de tiempo y gastos, así como un aumento en el consumo de reactivos y materiales (Almeida Bezerra y col., 2008).

1.5.2 METODOLOGÍA SUPERFICIE DE RESPUESTA

Para superar este problema, la optimización de los procesos se ha realizado mediante el uso de técnicas estadísticas multivariantes. Entre las técnicas multivariantes más relevantes utilizadas en la optimización está la metodología de superficie de respuesta (MSR). Metodología de superficie de respuesta es una colección de técnicas matemáticas y estadísticas basadas en el ajuste de una ecuación polinómica a los datos experimentales, que debe describir el comportamiento de un conjunto de datos con el objetivo de hacer

previsiones estadísticas. Puede ser muy útil, cuando una respuesta o un conjunto de respuestas de interés están influenciados por diversas variables. El objetivo es optimizar al mismo tiempo los niveles de estas variables para alcanzar el mejor rendimiento del sistema (Almeida Bezerra y col., 2008).

La metodología de superficie de respuesta (Box & Wilson, 1951; Montgomery, 2001) es una herramienta dinámica importante y sobre todo para el diseño de experimentos (DOE) en la que la relación entre la respuesta de un proceso con sus variables de entrada se asigna a la decisión de lograr el objetivo, maximizar o minimizar las propiedades de respuesta. Se trata de un conjunto de técnicas estadísticas de DOE, un modelo de regresión intrínseco, y los métodos de optimización de utilidad para cualquier campo de la ingeniería (Mukherjee & Kumar Raym, 2006).

Antes de aplicar la metodología de superficie de respuesta, primero es necesario elegir un diseño experimental que definen los experimentos que se deben llevar a cabo en la región de estudio. Hay algunas matrices experimentales para este propósito. Los diseños experimentales de modelos de primer orden (por ejemplo diseños factoriales) se pueden utilizar cuando el conjunto de datos no presentan curvatura.

Sin embargo, para aproximarse a una función de respuesta a los datos experimentales que no se puede describir mediante funciones lineales, los diseños experimentales de superficie de respuesta cuadrática se deben utilizar, como un factorial de tres niveles, Box-Behnken y un diseño central compuesto (Almeida Bezerra y col., 2008).

El primer paso en la metodología de superficie de respuesta se encuentra la respuesta de mapa que está en función de variables de decisión independiente (X_1, \dots, X_n). En las inmediaciones del punto óptimo, un modelo de regresión se encuentra generalmente adecuado. Máximo, mínimo, o un punto de silla se identifica con enfoque de punto fijo y el análisis canónico del modelo de segundo orden es desarrollado y la "cresta de análisis" se intenta, si se trata de un punto de silla (Mukherjee & Kumar Raym, 2006).

Box (1988) y Logothetics (1990) de forma independiente proporcionan distintas formas de transformación de datos en la aplicación de la filosofía de Taguchi para el diseño robusto de parámetros de proceso, tales como la técnica de lambda trazado, y Box & Cox una técnica de transformación de datos, que se afirma que es estadísticamente válida, alternativa y significativa, en comparación con el uso de la modelación Taguchi para medir el rendimiento de la media y la variabilidad en las respuestas (Mukherjee & Kumar Raym, 2006).

A pesar de que la metodología de superficie de respuesta funciona bien en muchos problemas de optimización, hay algunas limitaciones inherentes a este enfoque. Carlyle y col. (2000) destacan la aplicación de algoritmos matemáticos de búsqueda iterativa, y técnicas heurísticas o meta-heurísticas de búsqueda, en lugar de MSR, altamente específico para funciones no-lineales, multi-modales y las funciones objetivo.

Del Castillo y Semple (2000) mencionan que a pesar de MSR funciona bien cuando el número de respuestas es un máximo de tres, que generalmente se obtienen función montura por tiempo indefinido en el modelo de superficie de respuesta cuadrática, con más de tres respuestas (Mukherjee & Kumar Raym, 2006).

1.5.2.1 DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS

Las superficies generadas por los modelos lineales se pueden utilizar para indicar la dirección en que deben desplazar los diseños originales con el fin de alcanzar las condiciones óptimas. Sin embargo, si la región experimental no puede ser desplazada por razones físicas o instrumentales, la investigación debe encontrar las mejores condiciones de operación dentro de las condiciones experimentales (Almeida Bezerra y col., 2008).

Para los modelos de segundo grado, el punto crítico puede ser caracterizado como máximo, mínimo o punto silla. Es posible calcular las coordenadas del punto crítico a través de la primera derivada de la función matemática que describe la superficie de respuesta y equivale a cero. La función cuadrática obtenida de dos variables se describe a continuación:

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{12}x_1x_2 \quad [1.21]$$

$$\frac{\delta y}{\delta x_1} = b_1 + 2b_{11}x_1 + b_{12}x_2 = 0 \quad [1.22]$$

$$\frac{\delta y}{\delta x_2} = b_2 + 2b_{22}x_2 + b_{12}x_1 = 0 \quad [1.23]$$

Para calcular las coordenadas del punto crítico, es necesario resolver el sistema de primer grado, formada por las ecuaciones (1.22) y (1.23) y para encontrar los valores de x_1 y x_2 . Si el propósito de un sistema estudiado es obtener un máximo o una respuesta mínima, las coordenadas del punto silla no sirven como valores óptimos. Una vez más es imposible encontrar la región óptima a través de la visualización de las superficies obtenidas.

1.5.2.2 DISEÑOS EXPERIMENTALES Y APLICACIONES

1.5.2.2.1 DISEÑO FACTORIAL DE TRES NIVELES

El diseño factorial de tres niveles es una matriz experimental que tiene una aplicación limitada en la metodología de superficie de respuesta, cuando el factor es mayor a 2, porque el número de experimentos requeridos para este diseño es muy grande (calculado por la expresión $N = 3^k$, donde N es el número de experimentos y k es el número de factores), perdiendo así su eficiencia en el modelado de funciones cuadráticas.

Debido a que un diseño factorial de tres niveles requiere más corridas experimentales, los diseños que presentan un menor número de puntos experimentales, como el de Box-Behnken y central compuesto, son usados con mayor frecuencia.

Sin embargo cuando se trabaja con solo variables, la eficiencia de un diseño factorial es comparable con un diseño central compuesto. La cuadro 1.4 (a) muestra la matriz experimental para la optimización de dos variables a través de este diseño.

1.5.2.2 DISEÑO BOX - BEHNKEN

Box – Behnken, sugiere la forma de seleccionar los puntos del arreglo factorial de tres niveles, que permite la estimación eficiente de los coeficientes de primer y segundo orden del modelo matemático. Estos diseños son, de esta manera, más eficientes y económicos en contraste con los diseños 3^k , sobre todo para un gran número de variables.

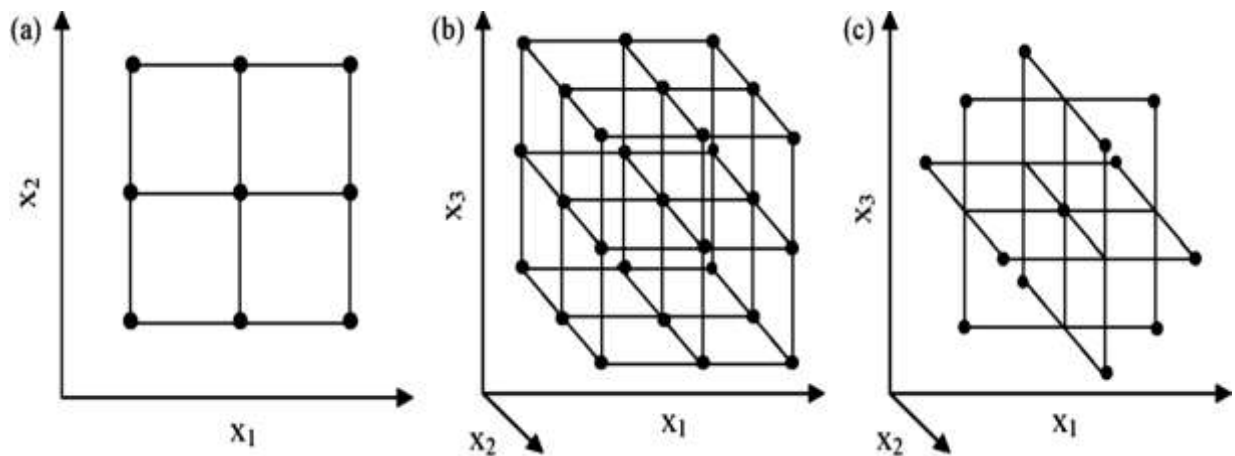


Figura 1.9 Diseños experimentales factoriales para la optimización de (a) dos variables y (b) tres variables, y (c) Box-Behnken de diseño para la optimización de tres variables (Almeida Bezerra y col., 2008).

En diseños Box-Behnken, los puntos experimentales se encuentran en una hiper-esfera equidistante desde el punto central, como se ejemplifica en un diseño de tres factores en la figura. 1.9 (c). Sus principales características son:

- (1) Requiere un número de experimentos de acuerdo con $N = 2k(k-1) + c_p$, donde k es el número de factores y (c_p) es el número de los puntos centrales;
- (2) Todos los niveles de los factores tienen que ser ajustado sólo a tres niveles (-1, 0, 1) y que estos sean equidistantes.

La Fig. 1.9 (c) presenta el diseño de Box-Behnken para la optimización de tres variables con sus 13 puntos experimentales. En comparación con el diseño original 3^3 con 27 experimentos (Fig. 1.9 (b)), hay que señalar que este diseño es más económico y eficiente.

Cuadro 1.4 Matriz experimental (a) diseño factorial de dos variables con 3 niveles y (b) Box –Behnken para tres variables (Almeida Bezerra y col., 2008).

(a)		(b)		
x_1	x_2	x_1	x_2	x_3
		-1	-1	0
		1	-1	0
-1	-1	-1	1	0
-1	0	1	1	0
-1	1	-1	0	-1
0	-1	1	0	-1
0	0	-1	0	1
0	1	1	0	1
1	-1	0	-1	-1
1	0	0	1	-1
1	1	0	-1	1
		0	1	1
		0	0	0

1.5.2.2.3 DISEÑO CENTRAL COMPUESTO

El diseño central compuesto fue presentado por Box y Wilson (1951). Este diseño se compone de las siguientes partes: (1) un diseño factorial completo o un diseño factorial fraccionado, (2) un diseño adicional, a menudo un diseño en forma de estrella en la que los puntos experimentales están a una distancia α desde su centro, y (3) un punto central.

Fig. 1.10 (a y b) ilustra el diseño compuesto central para la optimización de dos y tres variables. Un diseño central compuesto presenta las siguientes características:

- ✓ Requieren un número de experimentos de acuerdo con $N = k^2 + 2k + c_p$, donde k es el número de factores y (c_p) es el número de replicar el punto central;
- ✓ Los valores de α dependen de la cantidad de variables y se puede calcular mediante la expresión $\alpha = 2^{(k - p) / 4}$. Para dos, tres y cuatro variables, los valores de α son, 1.41, 1.68 y 2.00 respectivamente;
- ✓ Todos los factores se estudian en cinco niveles $(-\alpha, -1, 0, +1, +\alpha)$.

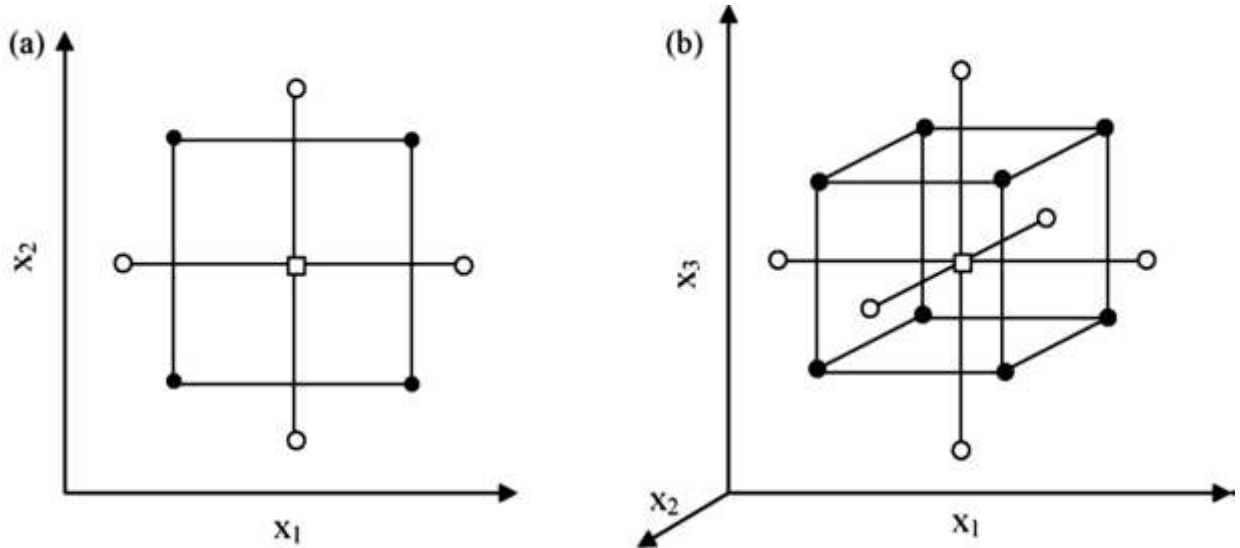


Figura 1.10 Diseño central compuestos para la optimización de: (a) dos variables ($\alpha= 1.41$) y (b) tres variables ($\alpha = 1.68$). (•) Puntos factoriales, (○) puntos axiales y (□) punto central (Almeida Bezerra y col., 2008).

Fig. 1.10 (a y b) muestran representaciones del diseño central compuesto de dos y tres variables de optimización, respectivamente. El cuadro 1.5 (a y b) presenta los valores de las matrices de experimentación para la aplicación de estos diseños.

Cuadro 1.5 Matrices experimentales para un diseño central compuesto
(Almeida Bezerra y col., 2008).

(b) Dos variables			(b) Tres variables		
Coordenada	x_1	x_2	x_1	x_2	x_3
Diseño Factorial			-1	-1	-1
			1	-1	-1
	-1	-1	-1	1	-1
	1	-1	1	1	-1
	-1	1	-1	-1	1
	1	1	1	-1	1
			-1	1	1
			1	1	1
Puntos Axiales	$-\alpha$	0	$-\alpha$	0	0
	α	0	α	0	0
	0	$-\alpha$	0	$-\alpha$	0
	0	α	0	α	0
			0	0	$-\alpha$
			0	0	α
Punto Central	0	0	0	0	0

CAPÍTULO II METODOLOGÍA

2.1 OBJETIVO GENERAL

Optimizar el proceso de pasteurización en un intercambiador de superficie raspada mediante el comportamiento cinético y energético en un fluido modelo utilizando la metodología de superficie de respuesta.

2.1.1 OBJETIVO PARTICULAR 1

Establecer los tiempos de residencia en las diferentes etapas del proceso de pasteurización utilizando el método del trazador para su correlación con cálculos cinéticos.

Variables

Variables independientes: Velocidad de alimentación y presión del vapor.

Variable dependiente: Concentración de trazador a los diferentes tiempos de muestreo.

Variable de Respuesta: Tiempo de residencia en cada etapa del proceso de pasteurización.

Parámetros constantes: Temperatura de entrada del fluido de proceso (30 °C), velocidad de las aspas (200 RPM) y velocidad de agua de enfriamiento (8 L/h).

2.1.2 OBJETIVO PARTICULAR 2

Evaluar la cinética de degradación del β – Caroteno como indicador de la eficiencia del proceso de pasteurización y punto de referencia de optimización.

Variables

Variables independientes: Velocidad de alimentación, presión del vapor y velocidad de rotación de las aspas

Variable dependiente: Concentración de β – caroteno a la salida del ISR.

Variable de Respuesta: velocidad de degradación, energía de activación, tiempo de reducción decimal (D), factor de muerte térmica (Z) y Q_{10} del β – Caroteno.

Parámetros constantes: Temperatura de entrada del fluido de proceso (30 °C) y velocidad de agua de enfriamiento (8 L/h).

2.1.3 OBJETIVO PARTICULAR 3

Evaluar el coeficiente convectivo y coeficiente global de transferencia de calor para establecer los puntos de optimización.

Variables

Variables independientes: Velocidad de alimentación, presión del vapor y velocidad de rotación de las aspas

Variable dependiente: Temperaturas del fluido modelo durante el proceso.

Variable de Respuesta: Coeficiente convectivo en la etapa de calentamiento y en la etapa de enfriamiento y coeficiente global de transferencia de calor

Parámetros constantes: Temperatura de entrada del fluido de proceso (30 °C) y velocidad de agua de enfriamiento (8 L/h).

2.2 MATERIALES Y MÉTODOS

A continuación se presentan las actividades que se realizaron y la metodología empleada durante la experimentación para la resolución de los objetivos anteriormente mencionados.

2.2.1 ACTIVIDADES PRELIMINARES

2.2.1.1 CURVA DE FLUJO DE LA BOMBA DE DIAFRAGMA

Como fluido modelo se utilizó una dispersión de CMC a una concentración de 0.5% utilizando para su preparación un agitador reversible de velocidad variable con controlador (Arde Barinco) a temperatura de hidratación ambiente. Se determinó el flujo volumétrico a las diferentes condiciones de velocidad de alimentación planteadas en el diseño experimental midiendo el tiempo en que un volumen de fluido modelo tardaba en recolectarse, realizándose una curva de flujo volumétrico en función al porcentaje de velocidad de la bomba de diafragma del ISR.

2.2.1.2 CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL FLUIDO MODELO

La caracterización reológica del fluido modelo, se realizó en un reómetro de cilindros concéntricos (Haake RT20 Rotovisco, Alemania) con geometría Z40 Din, con sistema de control de temperatura por recirculación de agua (Haake C35, Alemania).

Las condiciones de prueba se establecieron con base a la velocidad de cizalla, evaluándose en función a los niveles de variación de velocidad de las aspas en el intercambiador de superficie raspada por medio de la siguiente relación para efectos de flujo axial (Härröd, 1990):

$$\dot{\gamma} [=] \frac{D_S^2 + D_R^2}{D_S^2 - D_R^2} \Omega [=] s^{-1} \quad [2.1]$$

$$\Omega [=] \frac{1 \text{ rev}}{\text{min}} [=] \frac{2 \pi \text{ rad}}{1 \text{ rev}} \left[\frac{1 \text{ min}}{60 \text{ seg}} \right] [=] \frac{\text{rad}}{\text{s}} \quad [2.2]$$

Con la finalidad de establecer la influencia de la temperatura sobre los parámetros reológicos las pruebas se realizaron a diferentes intervalos de temperatura (10, 20, 30, 40, 50 y 60 °C).

2.2.1.3 DETERMINACIÓN Y CÁLCULO DE PROPIEDADES FÍSICAS Y TÉRMICAS DEL FLUIDO MODELO

2.2.1.3.1 DENSIDAD

La densidad relativa fue determinada en un densímetro digital DMA 38 (Anton Paar, Alemania) el cual consta de un tubo oscilatorio flexible en U que es activado eléctricamente por medio de vibraciones amortiguadas y la frecuencia originada por el oscilador dependerá de la masa contenida en la muestra, conocido el valor de la densidad relativa para el fluido modelo se sustituye en la siguiente expresión para conocer la densidad absoluta del fluido a la temperatura requerida.

$$\rho_{\text{relativa}} = \frac{\rho_{\text{fluido}}}{\rho_{\text{preferencia}}} \quad [2.3]$$

$$\rho_{\text{preferencia}} = \rho_{\text{H}_2\text{O@Temp}} \quad [2.4]$$

$$\rho_{\text{fluido}} = \rho_{\text{relativa}} \cdot \rho_{\text{H}_2\text{O@Temp}} \quad [2.5]$$

2.2.1.3.2 CAPACIDAD CALORÍFICA

La capacidad calorífica fue determinada mediante expresiones obtenidas por estudios de calorimetría en dispersiones de CMC a diferentes concentraciones (Semmar y col., 2004):

$$C_p(T) = A(T - T_0)^2 + B(T - T_0) + C \quad [2.6]$$

Donde $T_0 = 273.15 \text{ °K}$ o 0 °C

$$C = C_p(T_0) \left[1 + 0.1 \left(\frac{DX}{1+DX} \right) \right] \quad [2.7]$$

Con $D= 0.38$ para dispersiones menores a 83 g/l y $D= 0.035$ para mayores a 83 g/l (Semmar y col., 2004). La expresión en conjunto propuesta es:

$$C_p(T, X) = A(T - T_0)^2 + B(T - T_0) + C_p(T_0) \left[1 + 0.1 \left(\frac{DX}{1+DX} \right) \right] \quad [2.8]$$

Donde $A = 0.015$, $B= -0.2$ y $D= 0.035$ para dispersiones de CMC 83 g/l

Cuando la concentración de CMC es inferior a 83 g/l las curvas presentan una pendiente diferente, para lo cual se tienen los siguientes coeficientes (Semmar y col., 2004):

$A = -0.015$, $B = 5.45$

$D = -0.013$ para dispersiones de CMC 18 g/l

$D = 0.001$ para dispersiones de CMC 35 g/l

Cuadro 2.1 Coeficientes evaluados a diferentes concentraciones de CMC

(Semmar y col., 2004)

Coeficientes	Agua Destilada	CMC 18 (g/l)	CMC 35 (g/l)	CMC 83 (g/l)
A (J/kg °K)	0.015	-0.032	-0.015	0.0317
B (J/kg °K)	-1.145	6.953	5.441	-2.366
C (J/kg °K)	4215.6	4061.6	4231.2	4592
Pendiente Media	0.31	3.459	3.276	1.629
R²	1	0.938	0.973	0.868
Error (%)	± 0.68	± 0.75	± 0.5	± 0.5

Validez en la zona $20\text{°C} < T < 80\text{°C}$

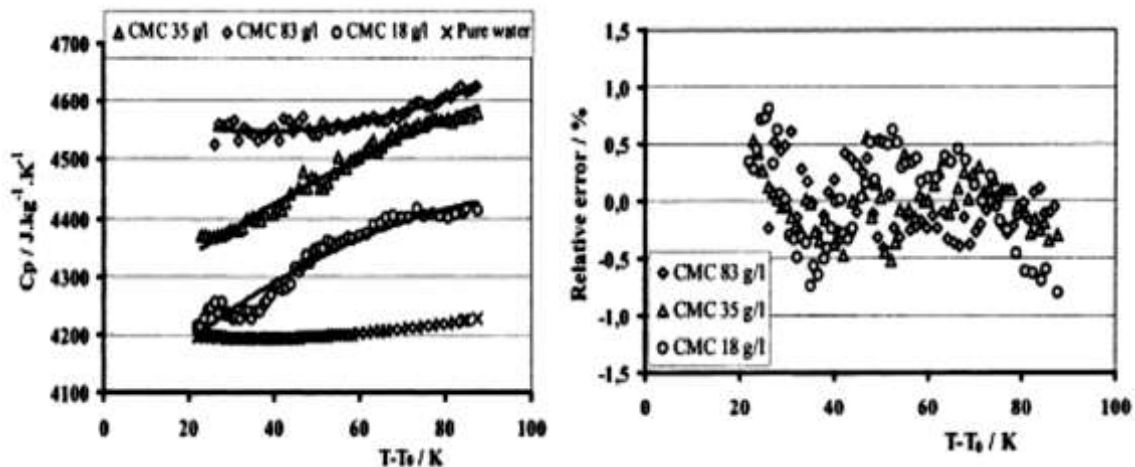


Figura 2.1 Capacidad calorífica y porcentaje de error vs temperatura de CMC
(Semmar y col., 2004).

2.2.1.3.3 CONDUCTIVIDAD TÉRMICA

La conductividad térmica fue determinada con el analizador de propiedades térmicas KD2 Pro (Decagon Devices Inc., E.U.A) utilizando el sensor KS – 1 que consta de una aguja de acero inoxidable de 60 mm de longitud y 1.27 mm de diámetro, previo a las determinaciones el equipo fue calibrado con glicerina. La conductividad fue evaluada a 10, 20, 30, 40 y 50 °C.

2.2.1.3.4 CALORIMETRÍA

Las variaciones en flujo de calor para el polímero en estudio (carboximetilcelulosa) fueron determinadas utilizando un Calorímetro Diferencial de Barrido (Q_{10} TA Instruments, E.U.A.) a velocidad de 10 °C/min con una rampa de temperatura de 0 a 120 °C para determinar la estabilidad térmica de dicho polímero a las diferentes condiciones de operación.

2.2.1.4 ELABORACIÓN DE CURVA PATRÓN DEL TRAZADOR Y β - CAROTENO

Con la finalidad de conocer la concentración de traza (Azul número 5) e indicador térmico (β – caroteno) a las diferentes condiciones experimentales se realizó una curva patrón en base a la absorbancia de cada componente utilizando para las mediciones espectrales un espectrofotómetro Cintra 10 UV-Visible (GBC Scientific Equipment, Australia) a 480 y 630 nm respectivamente.

2.2.2 TIEMPOS DE RESIDENCIA EN LAS DIFERENTES ETAPAS DEL PROCESO DE PASTEURIZACIÓN

La distribución de tiempos de residencia en el ISR fue medida con el método del trazador (marcador - respuesta) utilizando como marcador colorante azul #5 se inyectó directamente a la entrada del ISR, utilizando un pistón de resorte. La absorción de luz de la corriente a la salida se midió de forma continua a 630 nm utilizando un espectrofotómetro Cintra 10 UV-Visible (GBC Scientific Equipment, Australia), ya que la intensidad de luz transmitida depende de la concentración de colorante.

En los experimentos realizados con el fluido modelo se utilizó un impulso de inyección de 1% del volumen muerto en cada sección del proceso (calentamiento, calentamiento + sostenimiento y residencia total) con una concentración de 300 $\mu\text{g/mL}$. Las muestras a la salida fueron tomadas cada 5 a 60 segundos y posteriormente analizadas.

De acuerdo con la teoría de distribución de tiempos de residencia, la función que describe la respuesta de un sistema de inyección de pulso como traza es $E(t)$, donde $E(t)dt$ es la fracción de flujo a la salida que ha pasado un tiempo entre t y $(t + dt)$ en el sistema. Normalizando las funciones E se calcula a partir de los datos experimentales de acuerdo a:

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t)dt} \quad [2.9]$$

$$\bar{t} = \int_0^{\infty} tE(t)dt \quad [2.10]$$

$$E(\theta) = \bar{t}E(t) \quad [2.11]$$

$$\theta = \frac{t}{\bar{t}} \quad [2.12]$$

Como no se puede medir la DTR de manera directa en todas las etapas del proceso se realizaron las mediciones en la etapa de calentamiento, calentamiento/sostenimiento y residencia total para que mediante las siguientes expresiones se puedan obtener a los tiempos en las diferentes secciones del proceso.

$$TR_{Total} = TR_{Calentamiento} + TR_{Sostenimiento} + TR_{Enfriamiento} \quad [2.13]$$

$$TR_{Enfriamiento} = TR_{Total} - TR_{Calentamiento+Sostenimiento} \quad [2.14]$$

$$TR_{Sostenimiento} = TR_{Calentamiento+Sostenimiento} - TR_{Calentamiento} \quad [2.15]$$

2.2.3 CINÉTICA DE DEGRADACIÓN DEL β – CAROTENO

La estimación de β – caroteno fue realizada utilizando un espectrofotómetro Cintra 10 UV-Visible (GBC Scientific Equipment, Australia) con una longitud de onda de 480 nm a la salida del intercambiador, todas las mediciones se hicieron por triplicado utilizando diferentes muestras para cada corrida experimental y evaluando la concentración por medio de la curva patrón del indicador.

La cinética de degradación térmica del β – caroteno fue descrita utilizando la ecuación de Arrhenius, sin embargo es común expresar el efecto de las variables de proceso con parámetros cinéticos no fundamentales, a continuación se hace descripción de estos parámetros y la metodología para obtenerlos.

✓ **Determinación de las constantes cinéticas**

La cinética de degradación del β – caroteno ha sido descrita con una cinética de reacción de primer orden (Dutta y col, 2006). La cinética de reacción de primer orden puede ser representada de la siguiente manera:

$$\ln\left(\frac{C}{C_0}\right) = -kt \quad [2.16]$$

Para describir un modelo cinético de primer orden, la tendencia de $\ln(C/C_0)$ vs tiempo tiene que ser lineal y la pendiente igual a la velocidad de degradación ($-k$), en una temperatura constante (Dutta y col., 2006). La dependencia de la velocidad de degradación en función a la temperatura puede ser representada por la ecuación de Arrhenius:

$$k = k_0 \exp(-E_a/RT) \quad [2.17]$$

Por lo tanto, si la dependencia de la temperatura sigue la relación de Arrhenius, la tendencia de $\ln k$ vs $1/T$ será una línea recta y la pendiente igual a $-E_a/R$.

✓ **Tiempo de reducción decimal (D)**

El tiempo necesario a la temperatura T para reducir una población microbiana específica homogénea en un 90% (Sun, 2006).

$$D = \frac{2.303}{k} \quad [2.18]$$

✓ **Factor de muerte térmica (Z)**

El recíproco negativo de la pendiente del tiempo de muerte térmica (TMT). El número de grados ($^{\circ}C$ o $^{\circ}F$) de cambio de temperatura necesarios para hacer que el tiempo de reducción decimal cambie en un factor de 10 (Sun, 2006).

$$Z = \frac{2.303RT^2}{E_a} \quad [2.19]$$

✓ **Parámetro Q₁₀**

El parámetro Q₁₀ describe la dependencia de la temperatura de una reacción como el factor por el cual cambia la velocidad de reacción cuando la temperatura se incrementa en 10 °C (Van Boekel, 2009).

$$Q_{10} = \exp\left(\frac{10E_a}{RT^2}\right) \quad [2.20]$$

2.2.4 EFECTO DE LA CONVECCIÓN FORZADA EN EL PROCESO DE PASTEURIZACIÓN

Información sobre el comportamiento térmico de fluidos enfocado al coeficiente de transferencia de calor por convección (h) son escasos en la literatura. Sin embargo, una estimación precisa de dicho coeficiente bajo determinadas condiciones de tratamiento es esencial para determinar teóricamente el tiempo y temperatura al que está expuesto un sistema. Diseño y optimización de procesos se basan en valores de dicho coeficiente y coeficiente global de transferencia, especialmente en procesos continuos el uso de modelos matemáticos se considera de gran interés (Saraceno y col., 2011), a continuación se presenta la metodología para el cálculo de dichos parámetros energéticos.

○ **Calculo de números adimensionales**

La transferencia de calor en intercambiadores de superficie raspada se centra generalmente en la determinación de la correlación de números adimensionales como Nusselt, Prandtl, Reynolds, etc. En un ISR el régimen de flujo influye de manera considerable en el coeficiente de transferencia de calor (Yataghene y col., 2009; D'Addio y col., 2011).

Temperatura media logarítmica

$$LMTD = \frac{\Delta T_2 - \Delta T_1}{\ln(\Delta T_2 - \Delta T_1)} \quad [2.21]$$

Velocidad de flujo axial

$$v = \frac{\dot{Q}}{\pi \frac{(D_S^2 - D_I^2)}{4}} \quad [2.22]$$

Reynolds axial generalizado

$$Re_{axg} = \frac{\rho v^{2-n} D_H^n}{K} \quad [2.23]$$

Cuadro 2.2 Criterio de régimen de flujo en ISR (Härröd, 1986)

Flujo rotacional		Flujo axial	
Laminar	$Re_R < 250$	Laminar	$Re_{ax} < 15\ 000$
Vórtices de Taylor	$250 < Re_R < 100\ 000$	Turbulento	$Re_{ax} > 15\ 000$
Turbulento	$Re_R > 100\ 000$		

Prandtl generalizado

$$Pr_{gen} = \frac{C_p K}{K_T} \left(\frac{v}{D_H} \right)^{n-1} \quad [2.24]$$

Coefficiente Convectivo “h”

El coeficiente convectivo normalmente está expresado en función a correlaciones empíricas del número de Nusselt (Heldman & Lund, 2007; Yataghenea y col., 2009):

$$Nu = aRe^b Pr^c \quad [2.25]$$

Para obtener los valores de las constantes a, b y c, se realizan las siguientes regresiones logarítmicas (Boccardi y col., 2010; Saraceno y col., 2011):

- 1) Graficar el Log de Nusselt supuesto vs Log Reynolds, la pendiente resultante es la constante b.
- 2) Graficar el $\text{Log} \frac{\text{Nu}}{\text{Reb}}$ vs Log de Prandtl, la pendiente resultante es la constante c.
- 3) Graficar el $\text{Log} \frac{\text{Nu}}{\text{Prc}}$ vs Log de Reynolds, la pendiente resultante es la constante a.

Obtenidas las constantes sustituirlas en la ecuación 2.25 para así obtener el coeficiente convectivo del fluido de proceso por medio de la siguiente expresión (D'Addio y col., 2011).

$$h = \frac{\text{Nu } K_T}{2R_{\text{HCilindro}}} \quad [2.26]$$

Coefficiente global de transferencia de calor “U”

El coeficiente de global de transferencia de calor “U” es uno de los parámetros más importantes que representan el rendimiento del intercambiador de superficie raspada (Nogami y col, 2010). En general el coeficiente global se expresa de la siguiente manera:

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_f} + \frac{X}{K_T} + \frac{1}{h_p} \quad [2.27]$$

Esta ecuación muestra la importancia de la transmisión de calor a través de la capa límite de temperatura, ya que regula la velocidad de transferencia de calor en el intercambiador de calor (Nogami y col, 2010). El coeficiente convectivo de los fluidos de servicio fue calculado por medio de las siguientes expresiones:

- a) Agua de enfriamiento

$$h_a = 1429(1 + 0.0146T) \frac{v^{0.8}}{d^{0.2}} \quad [2.28]$$

b) Vapor saturado

$$h_V = 0.725 \left(\frac{K_T^3 \rho^2 g \Delta H}{N^2 D \mu_f (T_V - T_S)} \right)^{1/4} \quad [2.29]$$

2.3 ANALISIS ESTADÍSTICO

En el cuadro 2.3 se muestran las variables y los niveles de variación considerados para establecer las condiciones de pasteurización en un intercambiador de superficie raspada. El diseño base considerado fue un factorial completo 3^3 , completando con un diseño central compuesto con un $\alpha = 1.68719$.

Cuadro 2.3 Cuadro de variables y niveles de variación en el diseño central compuesto

Puntos del Diseño	Velocidad de alimentación (%)	Presión del vapor (Bar)	Velocidad de las aspas (RPM)
Axial*	26.364	0.159	31.821
Factorial	40	0.5	100
Central	60	1	200
Factorial	80	1.5	300
Axial*	93.636	1.841	368.179

Una ecuación polinómica de segundo orden se utilizó para expresar las variables de respuesta en función de las variables independientes (Zambrano–Zaragoza y col., 2011):

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^3 \quad [2.30]$$

$$+ \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3$$

Donde Y_i representa las variables de respuesta, β_0 es una constante, β_{ii} β_i y β_{ij} son los coeficientes lineales de segundo grado e interactivo, respectivamente. Los coeficientes de la ecuación de la superficie de respuesta se determinaron y un análisis de varianza (ANOVA) se realizó para evaluar las diferencias significativas entre las variables independientes usando MINITAB versión 15 (Minitab Inc., PA, E.U.A).

CAPÍTULO III RESULTADOS

3.1 ACTIVIDADES PRELIMINARES

a) CARACTERIZACIÓN DE LA BOMBA DE DIAFRAGMA

En la Figura 3.1 se muestra la curva de flujo de la bomba de diafragma, como se mencionó anteriormente, la elaboración de la curva de flujo sirvió para la evaluación de la velocidad axial a las diferentes condiciones experimentales.

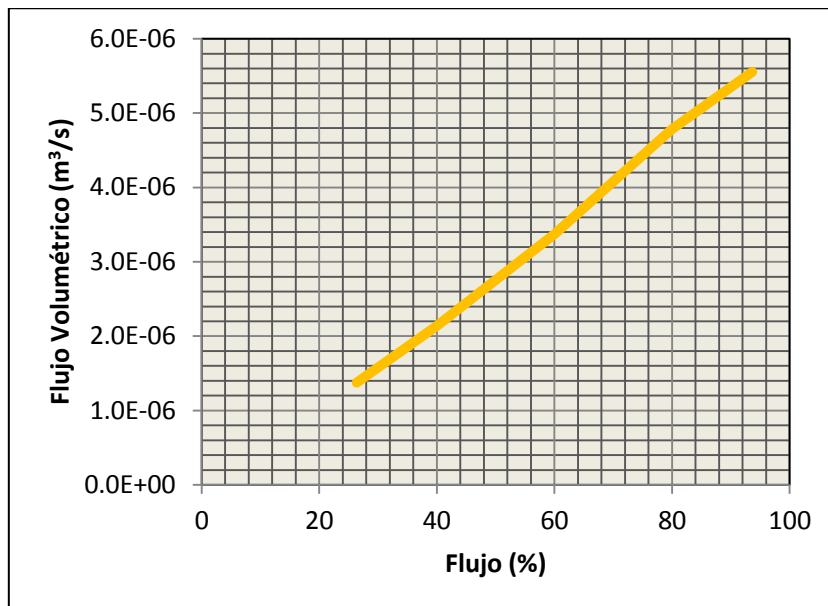


Figura 3.1 Curva de flujo de la bomba de diafragma

En base a los resultados que se muestran en la figura 3.1 se pudo obtener una expresión que describa el comportamiento del flujo volumétrico del fluido modelo en función del porcentaje de la bomba del ISR, la expresión obtenida se presenta a continuación:

$$\dot{Q} \text{ (m}^3\text{/s)} = 6 \times 10^{-8} \cdot (\%) \quad R^2 = 0.991 \quad [3.1]$$

b) REOLOGÍA DEL FLUIDO MODELO

En el cuadro 3.1 se muestran las velocidades de cizalla para las dispersiones de CMC consideradas en el diseño de superficie de respuesta, las cuales fueron las esperadas en base a estudios realizados por Ahmed y col. (2004) para la evaluación de una cinética colorimétrica y reología mediante la ecuación de Arrhenius.

En intercambiadores de superficie raspada el estudio de las propiedades reológicas es útil para entender la influencia de los parámetros de proceso en características finales del producto (Benkhelifa y col., 2008), por lo cual la simulación de las condiciones experimentales es de suma importancia. A continuación se muestran las velocidades de cizalla calculadas con base a los valores obtenidos en el diseño experimental.

Cuadro 3.1 Velocidades de cizalla determinadas para la prueba reológica simple

Puntos del Diseño	RPM	Ω (rad/s)	$\dot{\gamma}$ (seg ⁻¹)
Axial*	31.821	3.33	6.56
Factorial	100	10.47	20.61
Central	200	20.94	41.23
Factorial	300	31.41	61.84
Axial*	368.179	38.55	75.90

*Los puntos axiales están en base a un α de 1.681 obtenido en el diseño central compuesto

En base a los datos obtenidos se decidió hacer una prueba de cizallamiento simple con una velocidad de corte de $1 - 100 \text{ s}^{-1}$ para que los valores calculados estén entre una condición inicial y otra frontera.

- **Caracterización de las curvas de flujo**

En la figura 3.2 se muestran las curvas típicas de flujo a diferentes temperaturas, a medida que aumenta la temperatura (10 a 60 ° C) disminuye las tensiones de corte (menor

viscosidad), debido a que la dispersión tiene un comportamiento pseudoplástico de acuerdo con estudios realizados por Abdelrahim & Ramaswamy (1995).

- **Efecto de la temperatura**

El modelo que más se ajusta a los valores obtenidos es el modelo de Ostwald De-Waele para fluidos pseudoplásticos (Vandresen y col., 2009) cuya expresión está dada por:

$$\tau = \kappa (\dot{\gamma})^n \quad [3.2]$$

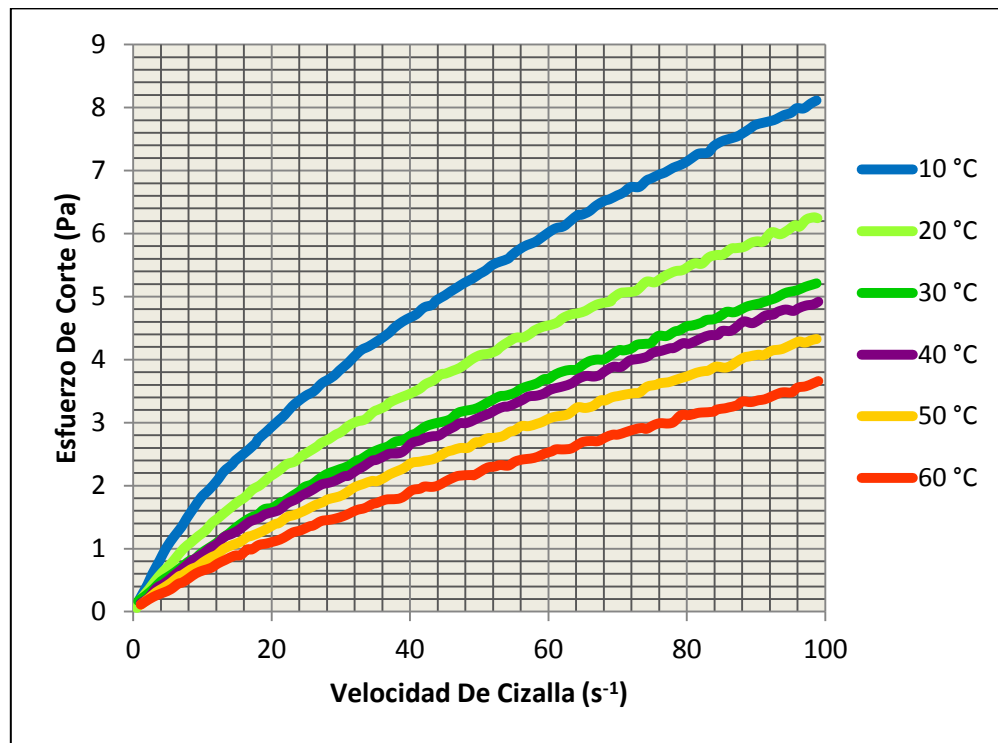


Figura 3.2 Reogramas del fluido modelo a diferentes temperaturas

Los parámetros reológicos se obtuvieron por regresión potencial descrita por la expresión 3.2 para cada temperatura, los cuales se presentan en el cuadro 3.2, el índice de comportamiento varió entre 0.717 y 0.778 y el índice de consistencia entre 0.321 y 0.107. Observaciones similares han sido reportadas por Abdelrahim & Ramaswamy (1995).

Cuadro 3.2 Parámetros reológicos del fluido modelo a diferentes temperaturas

Temperatura (°C)	k (Pa s ⁿ)	n (-)	R ²
10	0.321	0.717	0.990
20	0.197	0.739	0.986
30	0.178	0.758	0.997
40	0.151	0.768	0.995
50	0.126	0.769	0.996
60	0.107	0.778	0.998

- **Descripción de parámetros reológicos**

El índice de consistencia disminuyó y el índice de comportamiento a flujo aumentó con el incremento de la temperatura lo que concuerda con lo reportado por numerosos estudios experimentales (Ahmed y col., 2004). Dependencia de los parámetros reológicos en función a la temperatura del proceso se describe adecuadamente por medio de las siguientes expresiones:

$$k(\text{Pa} \cdot \text{s}^n) = 0.244 - 0.0002T \quad R^2 = 0.996 \quad [3.3]$$

$$n(-) = 0.689 + 0.003T - 3 \times 10^{-5}T^2 \quad R^2 = 0.996 \quad [3.4]$$

c) DENSIDAD

La densidad absoluta del fluido modelo fue determinada por medio de la ecuación 2.5 a las diferentes temperaturas de proceso de pasteurización. La densidad relativa promedio obtenida a 20 °C fue de 1.011 (-). A continuación se presenta una expresión para describir el comportamiento de la densidad absoluta del fluido modelo en un intervalo de temperatura de 20 a 100 °C:

$$\rho (\text{kg/m}^3) = 1012 - 0.107T - 0.003T^2 \quad R^2 = 0.999 \quad [3.5]$$

d) CONDUCTIVIDAD TÉRMICA

La figura 3.3 muestra la curva de conductividad térmica frente a la temperatura para el fluido modelo. Los datos fueron obtenidos en calentamiento y enfriamiento para confirmar que no hubo degradación del polímero. El efecto de la temperatura es considerable, y el aumento de la conductividad térmica a temperaturas elevadas es mayor que a temperaturas bajas. (Lee & Irvine, 1997)

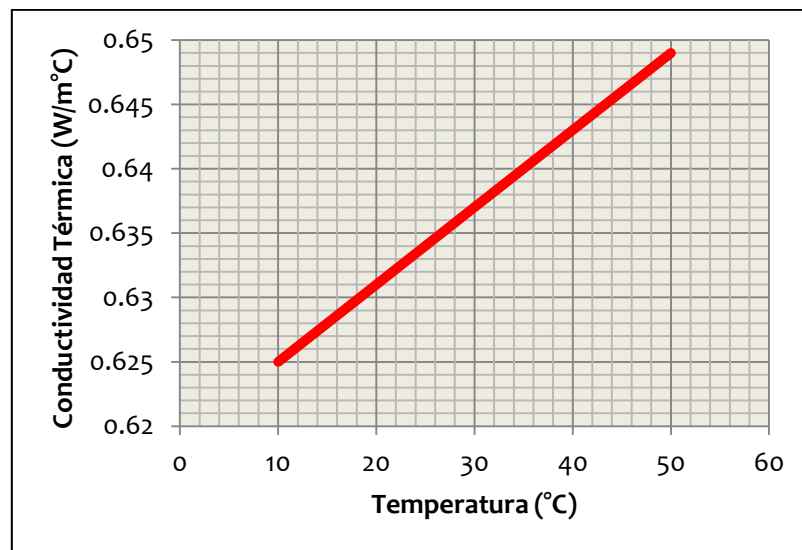


Figura 3.3 Conductividad térmica del fluido modelo a diferentes temperaturas

Se debe considerar que la conductividad térmica depende del peso molecular del polímero, la temperatura y la tasa de corte. En la experimentación se trabajó con un solo polímero a una sola concentración y el fluido no presentó tixotropía significativa a los intervalos de rotación de las aspas en el equipo, así que las mediciones se hicieron de manera estática solo a diferentes temperaturas (10-50 °C) (Broniarz-Press & Pralat, 2009).

La relación de la temperatura con la conductividad térmica puede ser evaluada mediante la siguiente expresión:

$$K_T(\text{W/m}^\circ\text{C}) = 0.619 + 6 \times 10^{-4} T \quad R^2 = 1 \quad [3.6]$$

e) CALORIMETRÍA

La figura 3.4 muestra que el polímero (CMC) es térmicamente estable, ya que no presenta transiciones vítreas ni cambios de entalpía significativos que pudieran alterar la estructura molecular como lo es un cambio de estado (fundición de la CMC) la cual se encuentra por encima de los 100 °C.

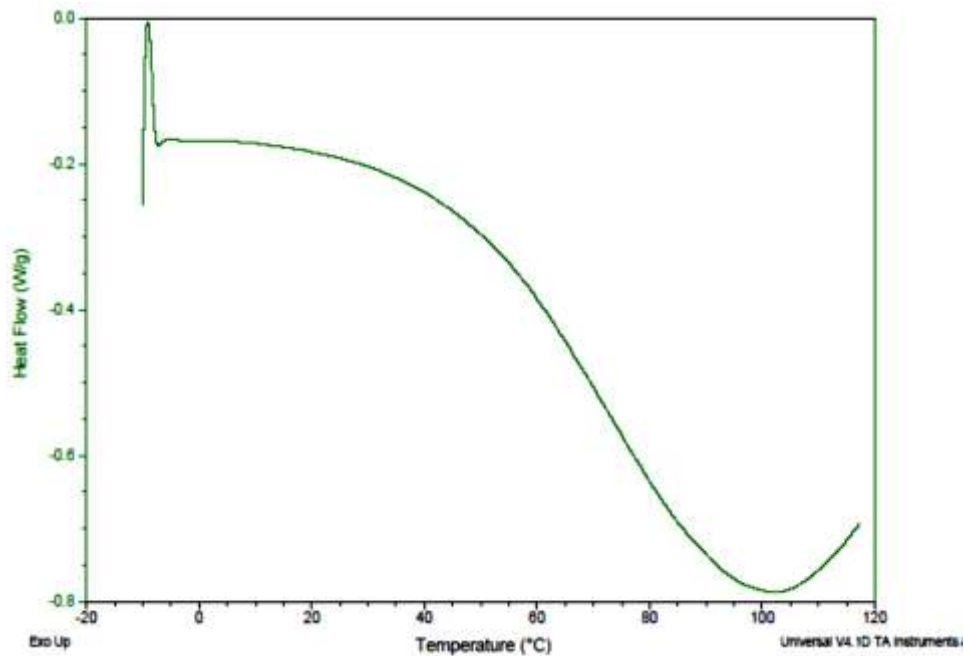


Figura 3.4 Flujos de calor de CMC [T (°C) = 20 - 100]

La derivada de la curva de un DSC es utilizada para distinguir las transiciones, por ejemplo, de un cambio de capacidad calorífica y un pico endotérmico. La curva primaria es la derivada con respecto al tiempo (o temperatura) de la curva inicial del DSC.

La primera derivada de la curva de una transición vítrea da un pico cuya área es proporcional a un valor de ΔC_p . Temperaturas máximas de la primera derivada se pueden utilizar como una medida de los cambios en la temperatura de transición vítrea o para la comparación de los efectos de los aditivos. (Brown, 2003).

f) CURVA PATRÓN DEL TRAZADOR [AZÚL NÚMERO 5]

Con fin de conocer la concentración de trazador a la salida del intercambiador y evaluar los tiempos de residencia se elaboró la curva de absorbancia del colorante en función de su concentración. A continuación se muestra el comportamiento obtenido:

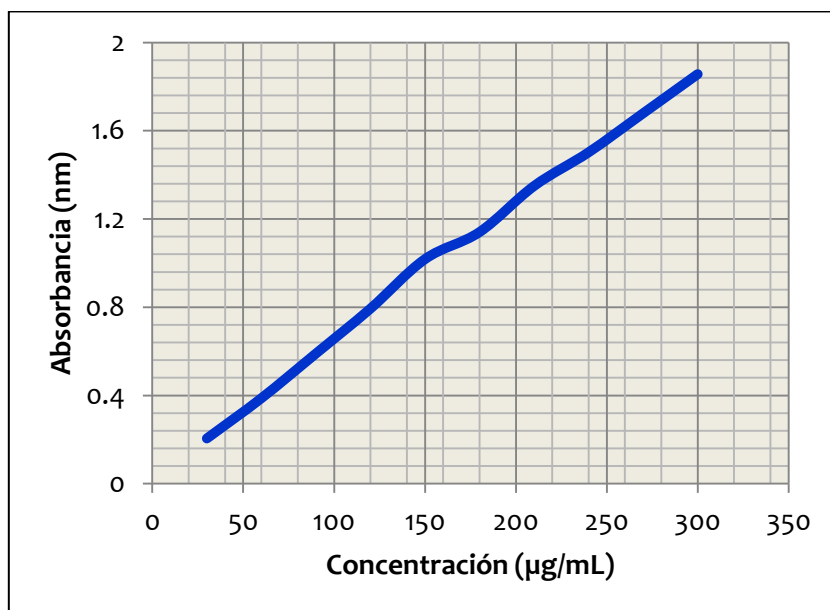


Figura 3.5 Curva de concentración vs absorbancia de colorante azul n.5

La absorbancia depende de la concentración de colorante en una solución, por lo cual el efecto de ambas variables se puede describir mediante la siguiente expresión:

$$\text{Concentración Azul N. 5 } (\mu\text{g/mL}) = \frac{0.006}{\text{Absorbancia}} \quad R^2 = 0.996 \quad [3.7]$$

g) CURVA PATRÓN β – CAROTENO

La retención de luz que presenta una solución a determinadas longitudes de onda se le denomina absorbancia y es directamente proporcional a su concentración según indica la Ley de Lambert-Beer, a mayor número de moléculas mayor interacción de luz con ellas.

Con el propósito de evaluar la cinética de degradación del β – caroteno en el proceso de pasteurización se realizó una curva patrón para conocer la concentración del indicador a la salida del ISR además de determinar las constantes cinéticas a las condiciones experimentales. La figura 3.6 representa dicha relación espectral:

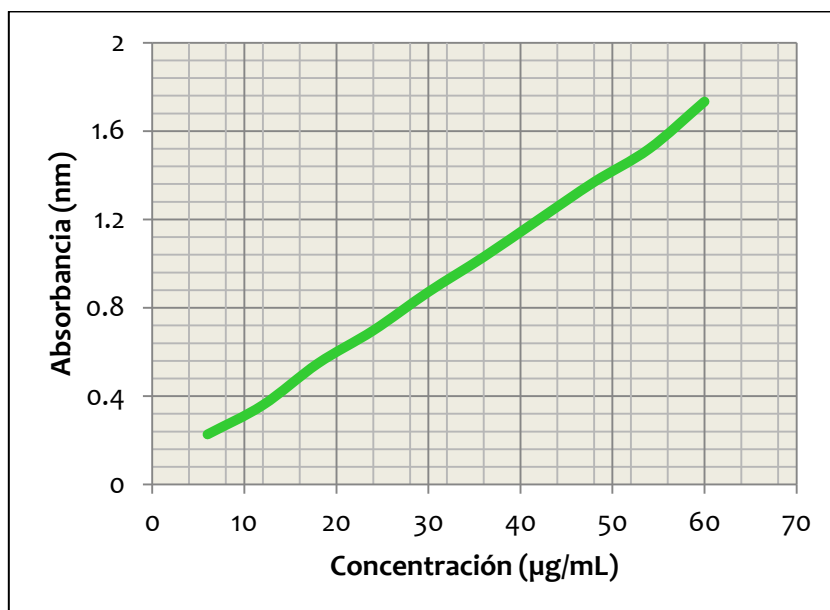


Figura 3.6 Curva de concentración vs absorbancia del β – Caroteno

La relación de la concentración en función de la absorbancia se puede expresar de la siguiente manera:

$$\text{Concentración } \beta \text{ – Caroteno } (\mu\text{g/mL}) = \frac{0.028}{\text{Absorbancia}} \quad R^2 = 0.997 \quad [3.8]$$

3.2 TIEMPOS DE RESIDENCIA

Si se considera que un fluido está constituido por una infinidad de elementos los cuales están expuestos a diversas fuerzas de empuje y obstrucción al movimiento se puede asumir que cada elemento del fluido tiene un comportamiento definido dentro del sistema que determina su permanencia, por lo tanto, cada elemento está relacionado directamente con su

propia residencia y ello a su vez relacionado con el flujo lo que da una función de probabilidad conocida como distribución del tiempo de residencia (DTR).

En muchos casos, esto se puede resumir para fines prácticos de cálculo en la evaluación de la distribución de tiempos de residencia en las diferentes etapas del proceso de pasteurización. Esta información es fácil y directamente determinada por un método de investigación ampliamente utilizado como lo es un experimento estímulo – respuesta (Método del trazador). Cabe aclarar que el área bajo la curva de la función de distribución es por definición igual a la unidad (Levenspiel, 1999).

El comportamiento del fluido dentro del ISR es importante ya que es uno de los factores no controlables al momento de evaluar el comportamiento energético y cinético de un sistema. A continuación se describe los tiempos de residencia en las diferentes etapas del proceso de pasteurización y los efectos de las variables de proceso.

a) Tiempo de residencia total

Distintos fluidos modelos se han utilizado para el estudio de DTR, el agua ha sido el modelo más utilizado pero su aplicación es muy limitada cuando se simula el comportamiento reológico y térmico de un alimento. Investigaciones realizadas por Pinheiro Torres y Olivera (1998) describen que fluidos de alta viscosidad tienen relevancia en el procesamiento aséptico como lo es la simulación de productos lácteos, salsas, purés o huevo.

▪ **Efecto de la velocidad de flujo**

En cuanto a estudios de DTR hay una clara necesidad de un enfoque sistemático y estudios de modernización (Pinheiro Torres & Olivera, 1998). El efecto de mayor importancia en el estudio de distribución de tiempos de residencia es la velocidad de flujo ya que está en relación directa con su tiempo de permanencia en las diferentes etapas del proceso dependiendo en conjunto con variables como la presión y temperatura.

La normalización de los valores obtenidos durante la experimentación permite asegurar que los tiempos de residencia en las diferentes secciones del proceso de pasteurización fueron independientes del tiempo de residencia medio y la concentración inicial de trazador como lo muestra Russell y col. (1997) en experimentos realizados con carbopol y helado.

En la Figura 3.7 se muestra la concentración normalizada en función al tiempo y se observa que las curvas tienen un comportamiento simétrico lo que hace que el efecto de la fracción de concentración de la corriente a la salida disminuya y que cada campana tenga un modelo definido y el área bajo la curva sea igual a la unidad. El área bajo la curva se evaluó con un software de análisis estadístico (SigmaPlot 10, E.U.A).

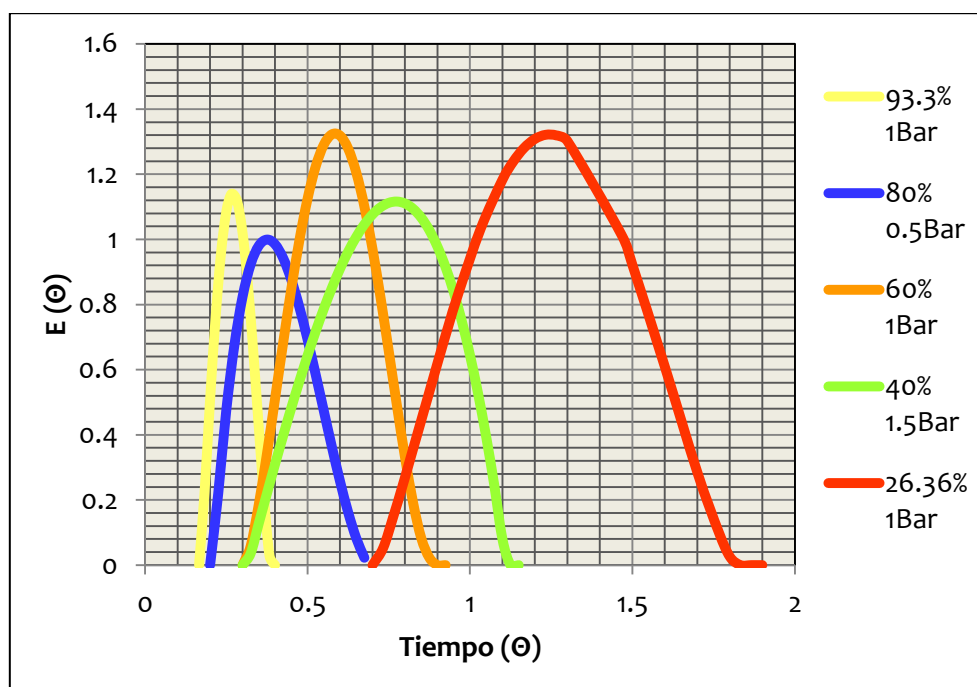


Figura 3.7 Efecto de la tasa de flujo en los tiempos de residencia totales

La figura 3.7 muestra que el aumento en la tasa de flujo resulta en una disminución de los tiempos de residencia ya que la velocidad de flujo aumenta el impulso del fluido para superar la diferencia de momento (entre la traza y las partículas del fluido) que suele provocar depósitos en la capa límite del equipo y el fluido en tránsito según investigaciones de Alhamdan y Sastry (1997).

b) *Tiempo de residencia en las etapas de calentamiento y sostenimiento*

Si los estudios de DTR se enfocan a la ciencia de los alimentos deben ser cuidadosamente seleccionados ya que los valores reportados son muy limitados. La determinación de DTR puede ser utilizada además como punto de partida para el desarrollo de nuevos productos según reportes de Pinheiro Torres y Olivera (1998).

▪ **Efecto de las propiedades Reológicas**

Determinaciones de DTR se han llevado a cabo principalmente a temperatura ambiente y el potencial de la distribución de tiempos de residencia para la optimización de procesos no ha sido explorado en su totalidad (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

La figura 3.8 muestra el efecto de 3 intervalos de presión sobre la distribución de tiempos de residencia en una tasa de flujo al 60% de la bomba de diafragma. El aumento de la presión disminuye la permanencia o el tiempo de residencia dado al cambio en las propiedades reológicas del fluido modelo.

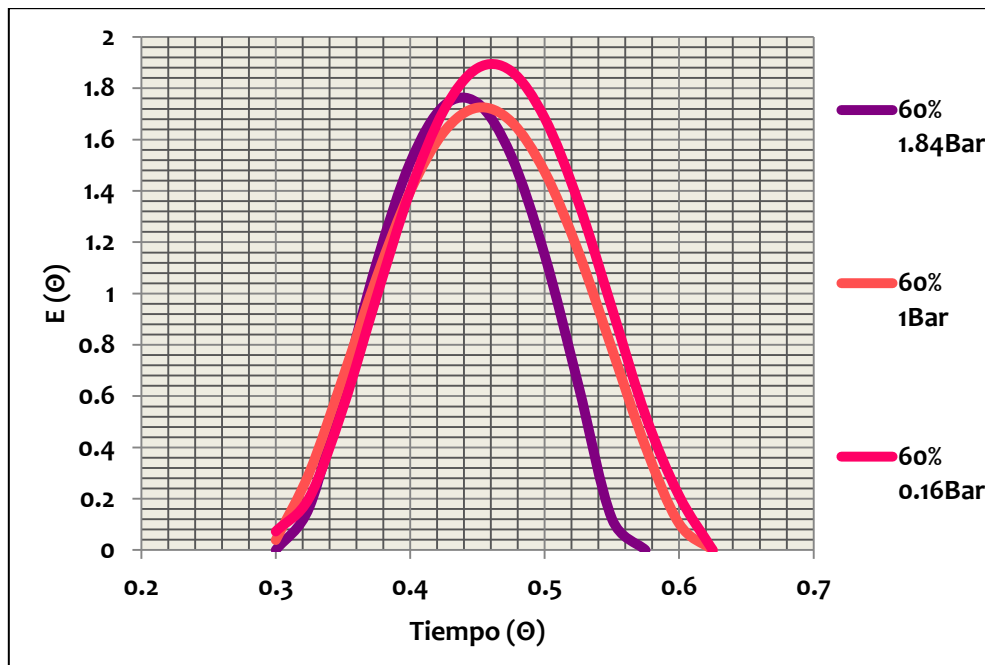


Figura 3.8 Efecto de la presión en los tiempos de residencia Calentamiento+Sostenimiento

El aumento de la presión, da como efecto aumento en la temperatura del fluido modelo por consecuencia la disminución del índice de consistencia y el aumento del índice de comportamiento al flujo del fluido modelo, lo cual resultó en una disminución en la DTR para fines de cálculo de la cinética de degradación del β – caroteno.

Según datos reportados por Alhamdan y Sastry (1997) fluidos con una concentración de CMC elevada tienden a formar una capa de líquido que se adhiere a la superficie de contacto, en un ISR el “efecto de superficie” es minimizado a medida que la velocidad de rotación de las aspas va aumentando aunque dicho efecto no puede ser eliminado y debido a esto se forman perfiles de velocidad diferentes a lo largo de los cilindros en el equipo.

La relación entre las condiciones de prueba y los procesos asépticos es muy importante lo cual debe ser desarrollado de manera que se tengan los menores errores experimentales. Estos estudios proporcionan información muy valiosa en el comportamiento del flujo, como ha sido ampliamente reconocido en el campo de la ingeniería (Pinheiro Torres & Olivera, 1998).

c) Tiempo de residencia etapa de calentamiento

Un ISR es considerado un reactor de mezcla perfecta ya que la concentración de la corriente a la salida es igual en cualquier punto del intercambiador, la probabilidad de que el flujo en el tubo de mantenimiento sea flujo pistón es muy amplia debido a que el flujo del fluido a través de este es ordenado, sin que ningún elemento del mismo se mezcle con cualquier otro situado antes o después, esto es, no hay mezcla en la dirección axial, como consecuencia, todos los elementos de fluido tienen el mismo tiempo de residencia dentro del intercambiador.

La figura 3.9 muestra que la tasa de flujo afecta de manera directa la permanencia del fluido modelo en el cilindro de calentamiento aunque de manera distinta a el comportamiento obtenido en la evaluación de los tiempos de residencia totales, debido a que en esta etapa el fluido va desde los 30 °C (Temperatura inicial del proceso) hasta la temperatura de sostenimiento (diferente para cada presión del diseño). El gradiente de

temperatura dado para cada condición de Presión/Flujo es el que marca el comportamiento y diferencia en la evaluación de los tiempos de residencia más significativos en esta etapa.

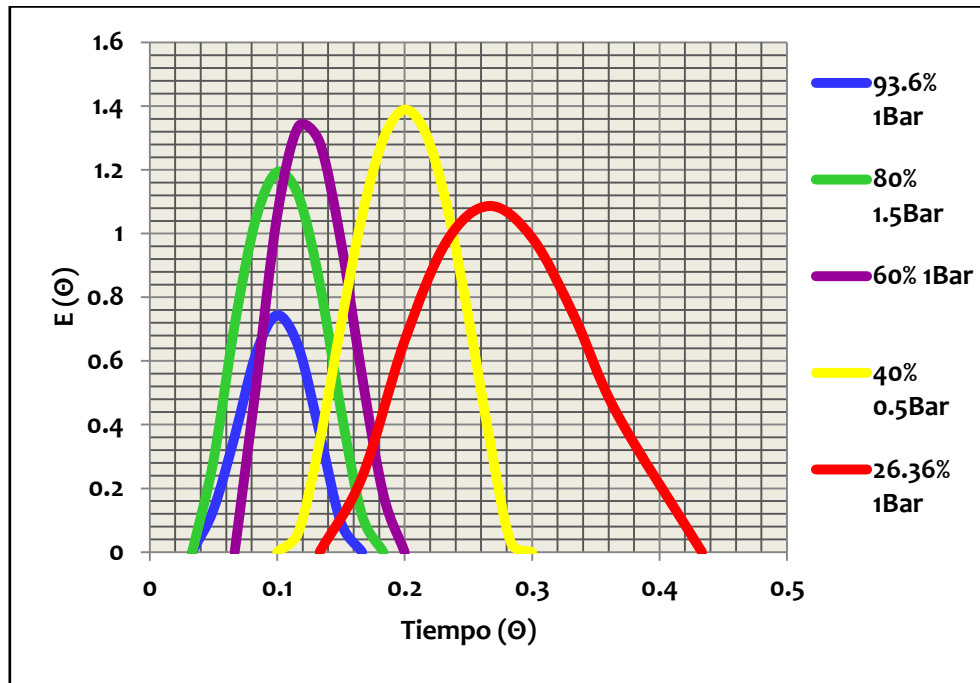


Figura 3.9 Curva de edades (E) para tiempos de residencia de calentamiento

La distribución de tiempos de residencia no es más que condiciones frontera de un balance de materia en la geometría del ISR, que una vez resuelto va a permitir conocer matemáticamente el tipo de flujo del fluido modelo, aunque para este conocimiento se requiere tener un mapa completo de la distribución de la velocidad dentro del equipo. Según Ramaswamy y col. (1995) la DTR en alimentos es un parámetro del sistema que es esencial para las especificaciones del producto final, además está influenciada por diversos factores interrelacionados como son los procedentes del alimento y el sistema de procesamiento.

▪ **Efecto de la velocidad de las aspas**

Experimentos realizados por Alhamdan y Sastry (1997) demuestran que para fluidos independientes de la cizalla, que es el caso de estudio, la velocidad de rotación de las aspas

no tiene un efecto significativo en la evaluación de la DTR ya que no hay interacción entre la velocidad del eje de un ISR y la velocidad de flujo axial, aunque la desviación estándar tiende a disminuir a medida que la velocidad del eje es mayor. Benezech y Maingonnat (1989) han demostrado que un aumento en la velocidad del rotor hace que la ampliación de la distribución del tiempo de residencia para fluidos tixotrópicos (Mabit y col., 2004).

Por lo anterior se evaluaron los tiempos de residencia a las condiciones experimentales que se obtuvieron en el diseño central compuesto, excepto las condiciones de velocidad de las aspas haciendo la experimentación a un valor de retención de 200 RPM ya que es un intermedio del diseño experimental propuesto. El cuadro 3.3 muestra los valores de tiempos de residencia en las diferentes etapas del proceso de pasteurización para su posterior correlación con cálculos cinéticos como la evaluación de la velocidad de degradación del indicador térmico (β – caroteno) y encontrar las condiciones óptimas del proceso mediante la evaluación de su cinética.

Cuadro 3.3 Tiempos de residencia obtenidos en las diferentes etapas del proceso

Flujo (%)	Presión (Bar)	Total (min)	Cal + Sost (min)	Calentamiento (min)	Sostenimiento (min)	Enfriamiento (min)
93.63	1	2.31	1.67	0.61	1.06	0.64
80	1.5	4.29	2.99	1.05	1.93	1.29
80	0.5	4.67	3.11	1.21	1.90	1.56
60	1.84	6.16	4.59	1.56	3.03	1.57
60	1	6.62	5.01	1.57	3.44	1.61
60	0.16	7.31	5.65	1.64	4.01	1.66
40	1.5	9.31	6.77	2.16	4.60	2.54
40	0.5	10.24	7.18	2.33	4.84	3.06
26.36	1	13.01	9.32	3.03	6.28	3.68

El concepto de distribución de tiempo de residencia en un ISR adquiere importancia cuando se le relaciona con las cinéticas de reacción y degradación de los procesos asépticos. El desarrollo en el área de alimentos ha generado gran interés, sin embargo la extensión del procesamiento aséptico de los alimentos ha sido difícil debido a la falta de datos sobre factores críticos como es el coeficiente convectivo (Ramaswamy y col., 1995).

3.3 OPTIMIZACIÓN CINÉTICA

La coloración del fluido de proceso es el indicador de la presencia de carotenoides específicos, los cuales mediante espectrofotometría se pueden cuantificar. El β – caroteno es un aditivo ampliamente utilizado en la industria de alimentos como colorante principalmente en bebidas, así mismo numerosos trabajos experimentales han reportado la cinética de degradación de este indicador (Qui y col., 2009).

Del análisis de varianza mostrado en el cuadro 3.4 se aprecia que los modelos de regresión son significativos para todas las variables cinéticas analizadas ya que los valores de p obtenidos son menores a 0.05 y de acuerdo con los coeficientes de determinación de R^2 , el modelo explica bien la variabilidad de los resultados tanto para E_a como para D. El sistema con mayor error estándar fue para el caso de la variable D con un valor de 1 ya que este depende a su vez de la variación en los valores de k del sistema. Para el caso de E_a y k los términos significativos fueron los lineales y cuadráticos. En el caso de los valores de D los términos significativos fueron los lineales y las interacciones en el sistema.

Cuadro 3.4 Análisis de varianza para la optimización cinética

Fuente	E_a (kJ/g β C)			k (min ⁻¹)			D (min)		
	GL	F	P	GL	F	P	GL	F	P
Regresión	9	58.70	0.000	9	34.37	0.000	9	52.08	0.000
Lineal	3	156.98	0.000	3	74.86	0.000	3	151.48	0.000
Cuadrático	3	17.55	0.000	3	27.89	0.000	3	1.50	0.226
Interacciones	3	1.57	0.207	3	0.36	0.782	3	3.26	0.029

a) ENERGÍA DE ACTIVACIÓN (E_a) Y VELOCIDAD DE DEGRADACIÓN (k)

Chutintrasri y Noomhomb (2007) mencionan que para optimizar un tratamiento térmico que tiene como objetivo mejorar la calidad del producto así como la retención máxima de pigmentos naturales se requieren datos evaluados mediante una cinética de degradación a partir de la velocidad de degradación (k) y la dependencia de la temperatura que puede ser descrito con la energía de activación (E_a).

En el cuadro 3.5 se muestran los resultados codificados de la prueba t para los coeficientes de regresión, realizada con $\alpha = 0.10$, considerando el ajuste a un modelo cuadrático, mostrándose también el valor de p para estos, lo que implica la importancia de los coeficientes en el modelo (E_a y k). La R^2 obtenida para los coeficientes en función a la E_a fue de 82 %. Los valores de p mostrados en el cuadro 3.5 revelan que el factor de mayor influencia sobre la E_a fue el flujo de CMC a través del ISR ($p \leq 0.000$), seguido de la presión del sistema ($p \geq 0.055$), que como es de esperarse contribuyen a modificar la distribución de temperaturas en el sistema y los procesos de transferencia de calor y a pesar de que las aspas contribuyen a distribuir homogéneamente el producto en el ISR en este caso y dadas las condiciones a las que se realizaron las pruebas, no tuvo influencia estadísticamente significativa sobre la E_a del sistema ($p \geq 0.575$).

Cuadro 3.5 Coeficientes de regresión codificados para la optimización cinética (E_a y k)

Término	Energía de Activación (E_a)			Velocidad de Degradación (k)		
	Coefficientes	T	P	Coefficientes	T	P
Constante	2.2998	51.751	0.000	0.2648	15.231	0.000
Flujo	-0.6370	-21.604	0.000	0.1715	14.865	0.000
Velocidad Aspas	-0.0166	-0.564	0.575	0.0053	0.464	0.645
Presión	-0.0580	-1.968	0.055	0.0213	1.848	0.070
Flujo²	-0.1994	-6.949	0.000	0.1001	8.916	0.000
Velocidad Aspas²	0.0084	0.295	0.769	-0.0101	-0.907	0.369
Presión²	-0.0694	-2.418	0.019	-0.0025	-0.223	0.825
Flujo*Vel. Aspas	0.0380	0.989	0.328	-0.0038	-0.256	0.799
Flujo*Presión	0.0517	1.344	0.185	-0.0042	-0.282	0.799
Vel. Aspas*Presión	-0.0536	-1.392	0.170	0.0145	0.968	0.338

En cuanto a los términos cuadráticos el de flujo ($p \geq 0.000$) y presión ($p \geq 0.019$) fueron los que tuvieron influencia significativa en el comportamiento y variaciones de la E_a ya que modificaciones en el flujo y presión producen una modificación exponencial de la E_a en las condiciones de operación evaluada. De acuerdo con el cuadro 3.5 se observa que no existieron interacciones estadísticamente significativas que tuvieran influencia sobre el modelo. A continuación se muestra la ecuación de predicción en función a la energía de activación en relación a los términos significativos del modelo obtenido:

$$E_a = 2.64 + 0.02x + 0.34z - 0.280z^2 \quad [3.9]$$

Para el caso de (k) la R^2 obtenida para los coeficientes fue de 86 % lo explica la variabilidad del sistema. Los valores de p que representan el área de una distribución t , mostraron que los factores con menor influencia estadísticamente significativa fueron la velocidad de las aspas con un valor de $p \geq 0.645$ y el factor presión ($p \geq 0.070$), seguido por el término cuadrático de la presión ($p \geq 0.825$), la interacción entre el flujo * velocidad de las aspas y flujo * presión ($p \geq 0.799$), mostrando a su vez que no existió interacción entre el resto de las variables analizadas, resaltando que el flujo volumétrico es la variable de mayor influencia respecto a la (k) considerando la ecuación de predicción en términos de los factores con influencia significativa ($p \leq 0.05$):

$$k = 0.56 - 0.02x + 0.03z + 0.0003x^2 \quad [3.10]$$

En la figura 3.10 se muestra el comportamiento cinético de degradación del β – caroteno donde se tiene una diferencia significativa en la energía de activación obtenida por un efecto directo de la tasa flujo en el intercambiador ya que a 20% de flujo de la bomba se tiene una energía de activación de 3 kJ/g β C mientras que a 90% presenta una disminución drástica a un valor de 0.4 kJ/g β C resultado esperado en relación a los comportamientos cinéticos.

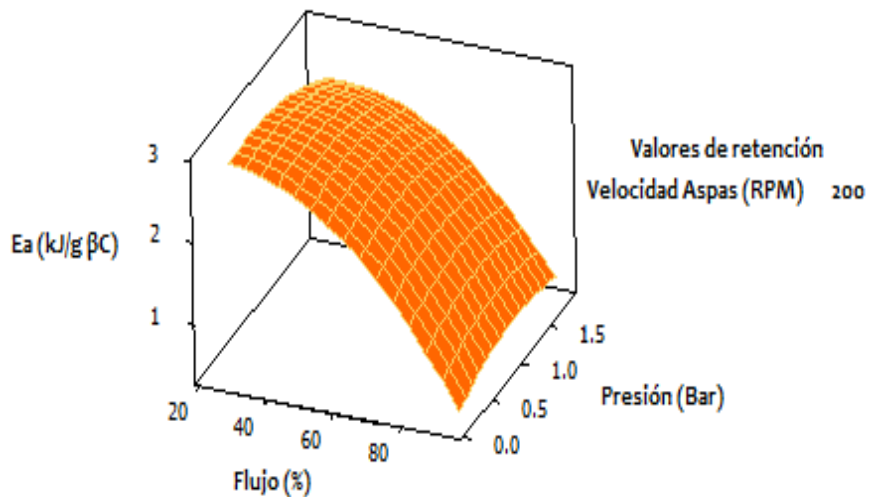


Figura 3.10 Efecto de la velocidad de flujo vs presión sobre la E_a

Van Boekel, 2009 reporta valores de cinética de reacción en alimentos como la de Maillard con una energía de activación alrededor de los 100 kJ/mol, mientras que para la inactivación de microorganismos puede ser caracterizada por una alta energía de activación que está entre los 300 kJ/mol. La energía de activación del β – caroteno fue calculada en base a un peso molecular del indicador de 536.87 g/mol.

En la figura 3.11 se observa que la presión del vapor no tiene un efecto significativo sobre la energía de activación, debido a que conforme cambia la tasa de flujo la temperatura del fluido modelo no presentó un cambio importante y a su vez el efecto de esta variable se reflejó en el consumo de vapor por corrida experimental.

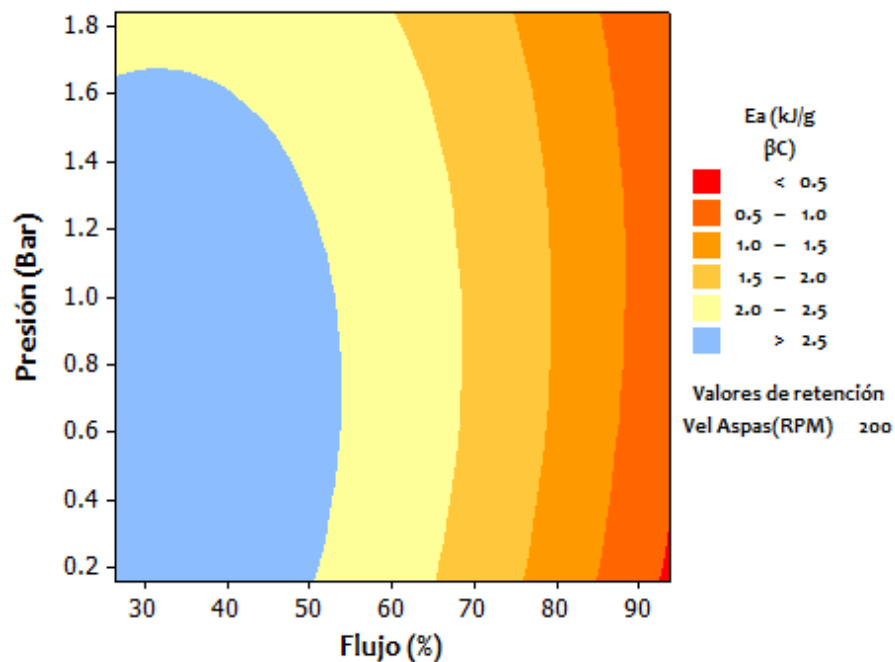


Figura 3.11 Gráfico de contorno E_a (kJ/g β C) vs Flujo (%), Presión (Bar)

En la figura 3.12 se observan los factores velocidad de las aspas y presión del vapor, los que de forma independiente y como interacción tienen poco efecto significativo, aunque son variables que condicionan la pasteurización desde el punto de vista cinético. Dutta y col., (2006) demostraron que la influencia de la temperatura en la degradación del β – caroteno es muy significativa, en cuanto a valores de energía de activación se refiere.

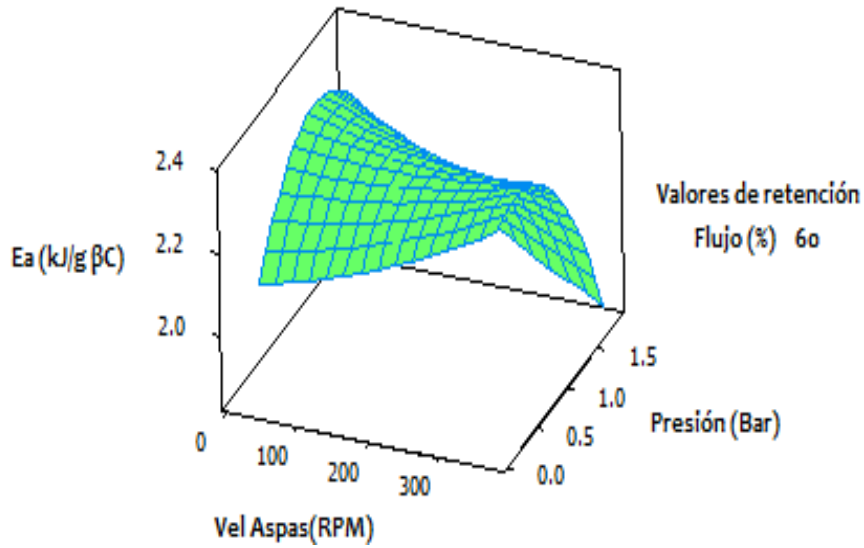


Figura 3.12 Interacción de velocidad de las aspas y la presión sobre la E_a

Un punto silla se muestra en la figura 3.13 esto debido a que la interacción entre la velocidad de las aspas y la presión del vapor en los intervalos intermedios tiene los valores de energía de activación más altos, lo que se deduce a que la primera derivada en ese punto es nula y el gradiente es igual a cero.

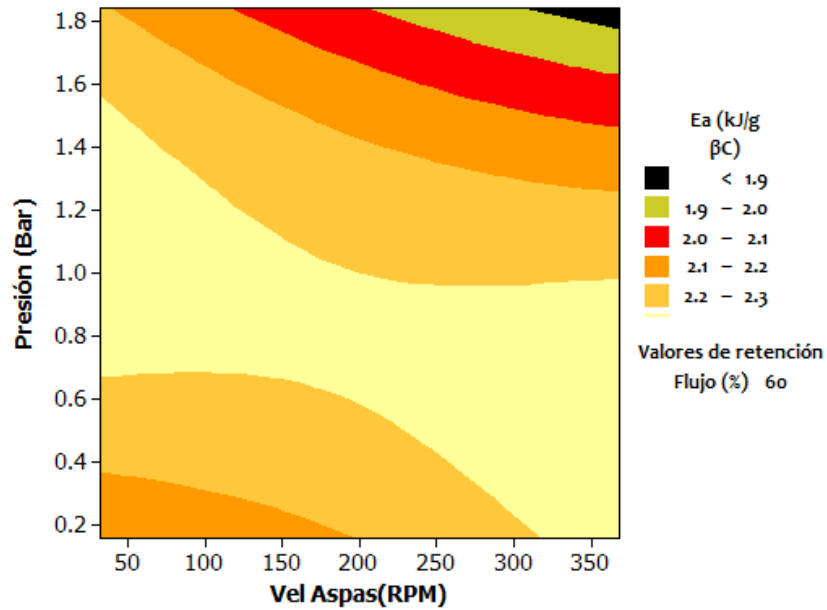


Figura 3.13 Gráfico de contorno E_a ($\text{kJ/g } \beta\text{C}$) vs Vel. Aspas (RPM), Presión (Bar)

La figura 3.14 muestra que el aumento de la presión incrementa la velocidad de degradación del β – caroteno. En general los efectos de la temperatura tal como se establece en las relaciones de Arrhenius dan una solución viable a las reacciones en alimentos.

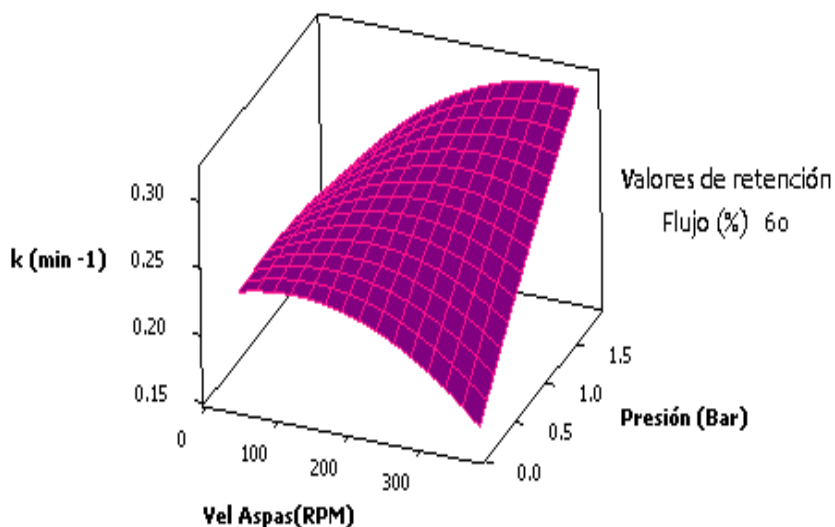


Figura 3.14 Interacción de la velocidad de las aspas y la presión del vapor sobre k

b) TIEMPO DE REDUCCIÓN DECIMAL (D)

Parámetros utilizados en alimentos para evaluar el efecto del procesamiento térmico son de gran utilidad, Richardson en 2004 reporta que el valor de tiempo de reducción decimal (D) para el proceso de pasteurización está dado por la espora del microorganismo termófilo *Bacillus Stearotherophilus* y es de 4 min a 121 °C.

En el cuadro 3.6 se muestran por último en relación a la optimización cinética la influencia de los factores codificados y niveles estudiados sobre la reducción decimal del β -caroteno utilizado como indicativo del proceso de pasteurización e el ISR. Mostrando que con una $R^2 = 0.86$ el modelo explica adecuadamente la variabilidad de los resultados debido a los factores aleatorios y el valor de (D) para cada evento.

Los términos lineales que tuvieron influencia al igual que en el análisis de las otras variables de respuesta cinéticas fueron el flujo y presión en el ISR ($p \geq 0.000$), así como el

término cuadrático de la presión ($p \geq 0.08$) y la interacción entre el flujo y la presión ($p \geq 0.021$). La variación de D en función a los términos significativos está representada por la ecuación (3.11).

$$D = 19.85 - 0.18x - 0.96z - 1.04z^2 + 0.05xz \quad [3.11]$$

Cuadro 3.6 Coeficientes de regresión codificados para la optimización cinética (D)

Término	Coefficientes	T	P
Constante	8.4216	37.953	0.000
Flujo	-3.0775	-20.904	0.000
Velocidad Aspas	-0.1250	-0.849	0.400
Presión	-0.6021	-4.090	0.000
Flujo²	-0.1801	-1.257	0.215
Velocidad Aspas²	-0.0760	-0.530	0.598
Presión²	-0.2590	-1.807	0.077
Flujo*Velocidad Aspas	0.3136	1.631	0.109
Flujo*Presión	0.4583	2.383	0.021
Velocidad Aspas*Presión	-0.2310	-1.201	0.235

La figura 3.15 muestra que al aumentar la presión disminuye el tiempo de reducción decimal evaluado con el indicador térmico y que las aspas cumplen la función de homogenizar la temperatura del fluido modelo dentro los cilindros aunque condicionan de manera vital el proceso por la alta viscosidad del mismo.

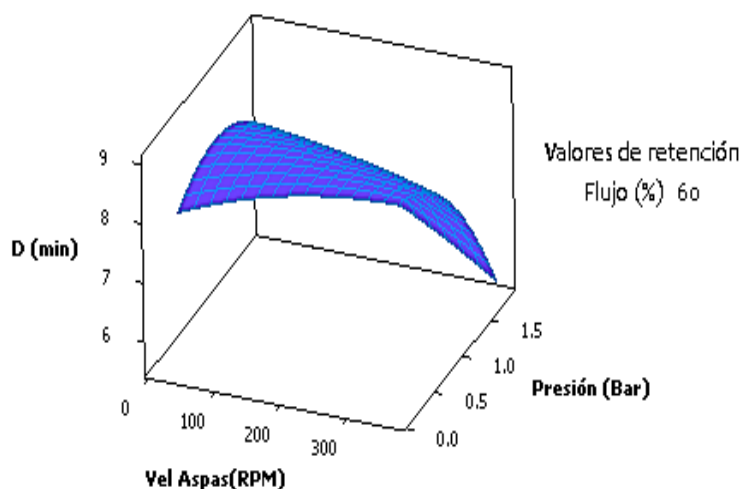


Figura 3.15 Interacción de la presión del vapor y velocidad de las aspas sobre D

En la figura 3.16 se representa el comportamiento para la velocidad flujo en interacción con la presión del vapor, que resulta ser una de las interacciones con mayor efecto significativo en el comportamiento cinético del β – caroteno, observándose que a una baja tasa de flujo se presenta un mayor tiempo de reducción decimal sin efecto significativo de la presión del vapor, sin embargo la temperatura como efecto del aumento de la presión del vapor influye en la obtención de D a tasas de velocidades bajas.

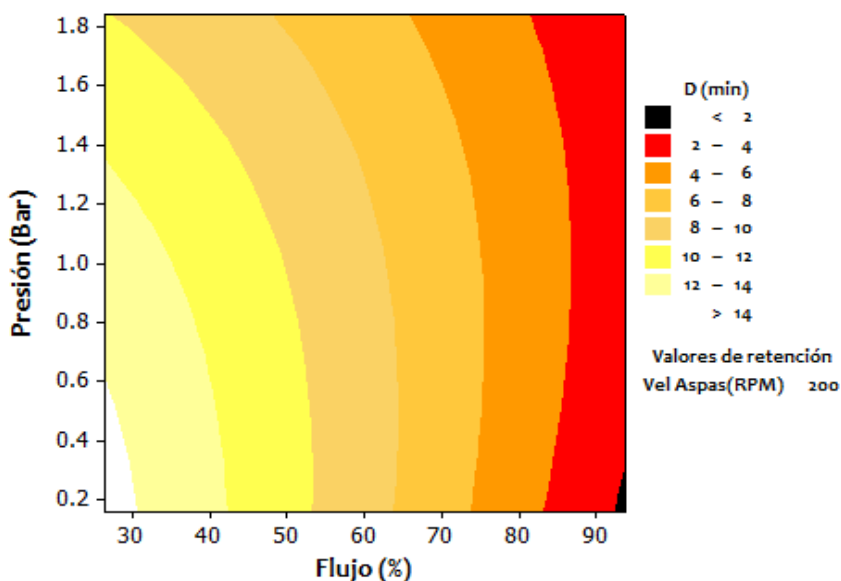


Figura 3.16 Gráfico de contorno D (min) vs Presión (Bar), Flujo (%)

Como puede observarse, todos estos parámetros pueden vincularse a los parámetros cinéticos fundamentales. Todos ellos tienen un propósito, por un lado, que se estiman en alimentos y como tal reflejan una característica de dependencia de tiempo y temperatura y pueden ser utilizados para propósitos de ingeniería. Por otro lado, estos parámetros se utilizan comúnmente por agentes reguladores de seguridad alimentaria en relación con los tratamientos térmicos.

c) FACTOR DE MUERTE TÉRMICA (Z) Y Q_{10}

El cuadro 3.7 presenta los valores obtenidos de factor de muerte térmica (Z) y Q_{10} en función a la variable de mayor efecto en la evaluación de la cinética de degradación del β –

caroteno que fue la tasa de flujo, en medida que aumenta el flujo en el intercambiador el valor de Z aumenta de manera lineal, excepto a la mayor velocidad (93.63%) donde el incremento es 4 veces mayor con respecto al valor obtenido con el flujo anterior (80%). De igual manera sucede con el factor Q_{10} aunque de manera inversa, al aumentar la tasa de flujo en el equipo el factor disminuye de manera proporcional.

Cuadro 3.7 Valores de factor de muerte térmica y Q_{10} a diferentes tasas de flujo

Velocidad de flujo (%)	Z(°C)	Q_{10}
23.36	1.01	9.93
40	1.19	7.15
60	1.34	5.72
80	2.05	3.18
93.63	8.41	1.35

d) CONDICIONES ÓPTIMAS DE PROCESO

Para contrastar los resultados obtenidos se ha realizado un diseño experimental de superficie de respuesta. Esta metodología pretende explorar y modelar estadísticamente la relación entre las variables independientes y las de respuesta para posteriormente encontrar los niveles o valores de las variables independientes que logren los valores de respuesta deseados. Para ello es necesario que las variables de respuesta estén establecidas.

El estudio de superficie de respuesta en esta parte experimental consideró la cinética de degradación de un indicador térmico (β – caroteno) en su forma fundamental y en parámetros utilizados en la ciencia de los alimentos. Los valores que se consideraron para encontrar las condiciones óptimas en base a la cinética térmica se presentan en la figura 3.17 las cuales fueron las siguientes:

- ✓ Velocidad de degradación ($0.3 - 0.6 \text{ min}^{-1}$)
- ✓ Energía de activación ($1 - 2 \text{ kJ/g}\beta\text{C}$)
- ✓ Tiempo de reducción decimal (4D)

Como se observa en la figura 3.17 los contornos sobrepuestos muestran la región posible en la que estos valores en conjunto muestran el valor deseado. Es necesario encontrar una aproximación adecuada para la relación función entre las variables independientes y las superficies de respuesta (Kwak, 2005).

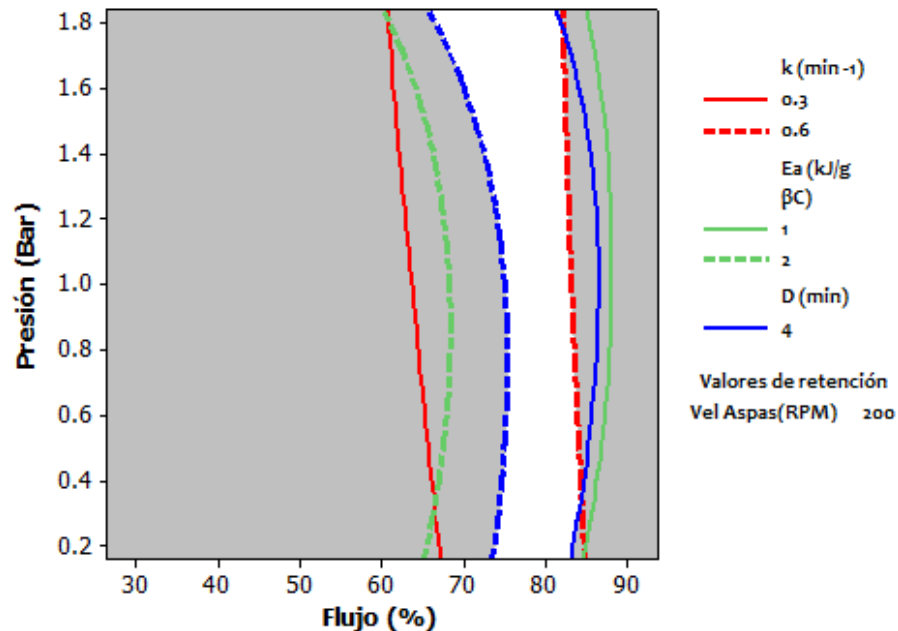


Figura 3.17 Gráfico de contornos sobrepuestos k (min^{-1}), E_a ($\text{kJ/g}\beta\text{C}$), D (min)

Una vez resueltas las ecuaciones canónicas del diseño central compuesto se encontró un compuesto de conveniencia de 1 el cual se muestra en la figura 3.18, lo cual asegura que los valores óptimos obtenidos siempre estarán en esos niveles a las condiciones frontera e iniciales del sistema.

En la figura 3.18 se muestran los resultados correspondientes a la optimización del modelo en función de las variables y límites involucrados en el diseño experimental. De esta se tiene que para obtener los valores preestablecidos la variable con mayor efecto es la velocidad de flujo en el ISR lo que concuerda con el análisis realizado anteriormente, en función de las variables involucradas y sus interacciones.

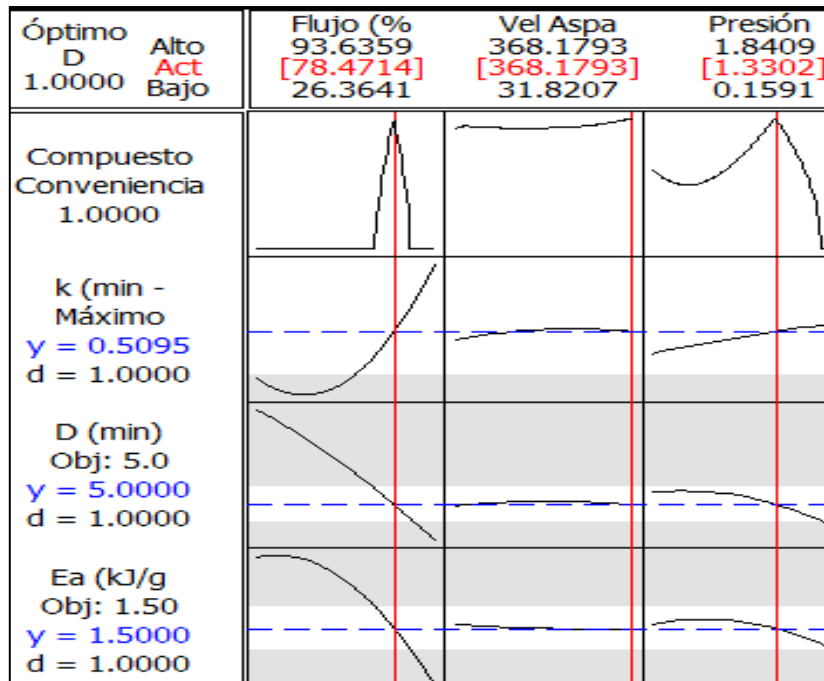


Figura 3.18 Compuesto conveniencia para la optimización cinética

Condiciones óptimas obtenidas mediante la cinética de degradación del β – Caroteno

$$\text{Flujo(\%)} = 78.5$$

$$\text{Velocidad de las aspas (RPM)} = 368$$

$$\text{Presión del vapor (Bar)} = 1.3$$

3.4 OPTIMIZACIÓN ENERGÉTICA

Aumentar la eficiencia del calentamiento o enfriamiento de fluidos complejos es un problema importante en varias operaciones unitarias en la industria alimentaria. Investigaciones reportadas por D'Addio y col. (2011) muestran que fluidos de alta viscosidad y comportamientos no newtonianos en alimentos procesados se encuentran a menudo en este campo y tienden a complicar su manejo y reducir la transferencia de energía en los equipos de proceso.

En el cuadro 3.8 se muestran los resultados del análisis de varianza para los datos experimentales utilizados en el análisis de superficie de respuesta en función a los factores y sus interacciones, se observa que de acuerdo con los valores de ($p \geq 0.000$) para la regresión, los coeficientes obtenidos describen el modelo de comportamiento energético del sistema; además, es necesario hacer énfasis en que los coeficientes de interacción no tienen un efecto significativo en los resultados de regresión para el modelo seleccionado ($p \geq 0.191$) y ($p \geq 0.125$).

Cuadro 3.8 Análisis de varianza para la optimización energética

Fuente	$h_{\text{calentamiento}} \text{ (W/m}^2 \text{ }^\circ\text{C)}$			$U_{\text{calentamiento}} \text{ (W/m}^2 \text{ }^\circ\text{C)}$		
	GL	F	P	GL	F	P
Regresión	9	4291.88	0.000	9	3736.78	0.000
Lineal	3	12800.55	0.000	3	10740.43	0.000
Cuadrático	3	73.45	0.000	3	467.90	0.000
Interacciones	3	1.65	0.191	3	2.00	0.125

a) COEFICIENTE CONVECTIVO DEL FLUIDO MODELO (h)

El método de Colburn es una referencia adecuada para la evaluación de transferencia de energía ya que puede aplicarse al diseño industrial. Regresión múltiple logarítmica se realiza para expresar el número de Nusselt frente al número de Reynolds y Prandtl que es considerado una simple modificación empírica del análisis de velocidad enfocado a la transferencia de calor (Webb y col., 1996; Wichterle, 1996; Ben Lakhdar y col., 2005).

En el cuadro 3.9 se muestran los resultados codificados de la prueba t para los coeficientes de regresión realizada con un $\alpha = 0.10$, considerando el ajuste a un modelo cuadrático, mostrándose también el valor de p para estos, lo que implica la importancia de los coeficientes en el modelo. El valor de R^2 para los coeficientes en función a la h_{cal} fue de 99 %. Los valores de p, que representan el área de distribución t, en donde es probable se encuentren los resultados justifican que los factores con mayor influencia sobre el h_{cal} es la velocidad de flujo y la presión ($p \geq 0.000$) como es de esperarse en la obtención de dicho parámetro energético y la velocidad de las aspas tiene un papel secundario aunque condiciona la operación con un valor de $P \geq 0.017$.

En cuanto a términos cuadráticos el flujo fue el que tuvo mayor efecto significativo ($p \leq 0.000$) y la interacción Flujo*Presión con un valor de $p \geq 0.068$. A continuación se muestra la ecuación de predicción en función al coeficiente convectivo del fluido modelo en la etapa de calentamiento en relación a los términos significativos del modelo:

$$h_{cal} = 864.79 + 31.88x - 0.08x^2 - 0.12y + 75.7z + 0.57xz \quad [3.12]$$

Cuadro 3.9 Coeficientes de regresión codificados para la optimización energética (h_{cal})

Término	Coefficientes	T	P
Constante	2593.97	734.413	0.000
Flujo	455.55	194.395	0.000
Velocidad Aspas	5.80	2.475	0.017
Presión	57.70	24.623	0.000
Flujo²	-33.42	-14.648	0.000
Velocidad Aspas²	1.20	0.528	0.600
Presión²	0.15	0.064	0.949
Flujo*Vel. Aspas	3.54	1.157	0.253
Flujo*Presión	5.71	1.864	0.068
Vel. Aspas*Presión	1.07	0.350	0.728

La analogía de Colburn también es satisfactoria, según la experiencia general, para la transferencia de calor en los flujos de alto número de Reynolds. En general investigaciones

experimentales demuestran que el coeficiente de transferencia de calor en un ISR aumenta con un fluido adelgazante a la cizalla en las zonas cercanas a las aspas con una alta tasa de velocidad (Wichterle, 1996; D'Addio y col., 2011).

La figura 3.19 muestra el efecto de la velocidad de las aspas y la presión del vapor sobre el coeficiente convectivo en el proceso de pasteurización, el cual muestra que hay una mayor respuesta al aumento de la presión debido al calor suministrado en esa etapa del proceso a un valor de retención intermedio del 60% de la tasa de flujo. De manera que la velocidad de rotación de las aspas aumenta, los llamados vórtices de Taylor aparecen en un número crítico de rotación de Reynolds el cual está en función del diámetro del rotor y el diámetro del cilindro.

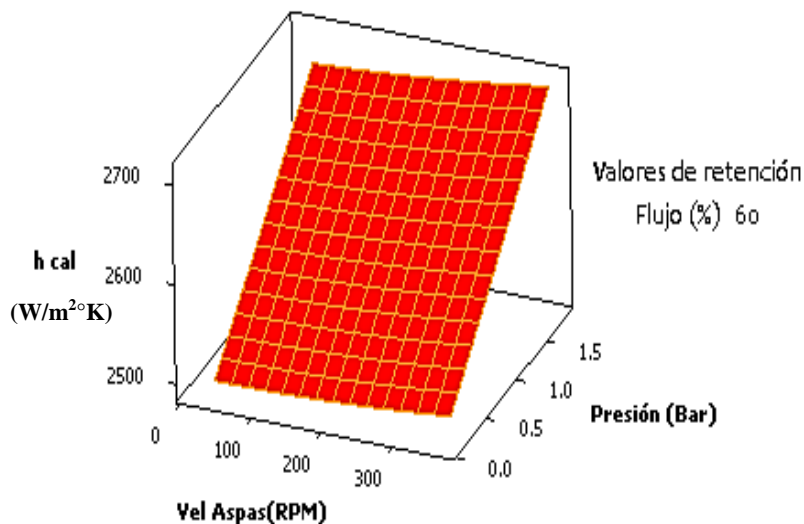


Figura 3.19 Efecto velocidad de las aspas vs presión en el coeficiente convectivo

Dumont y col. (2000) encontraron que el fenómeno de transferencia de calor en intercambiadores de superficie raspada ocurre en régimen laminar y en base a pruebas experimentales llegaron a la conclusión que está relacionada con los patrones de flujo creados por la geometría de las aspas y el rotor (D'Addio y col., 2011).

La figura 3.20 muestra que la interacción entre la tasa de flujo en el intercambiador es independiente de la velocidad de las aspas, esto debido a que los intervalos de variación con

los que el equipo cuenta no son suficientes para provocar turbulencia en el fluido, a lo que se reduce en formación de vórtices de Taylor y régimen laminar.

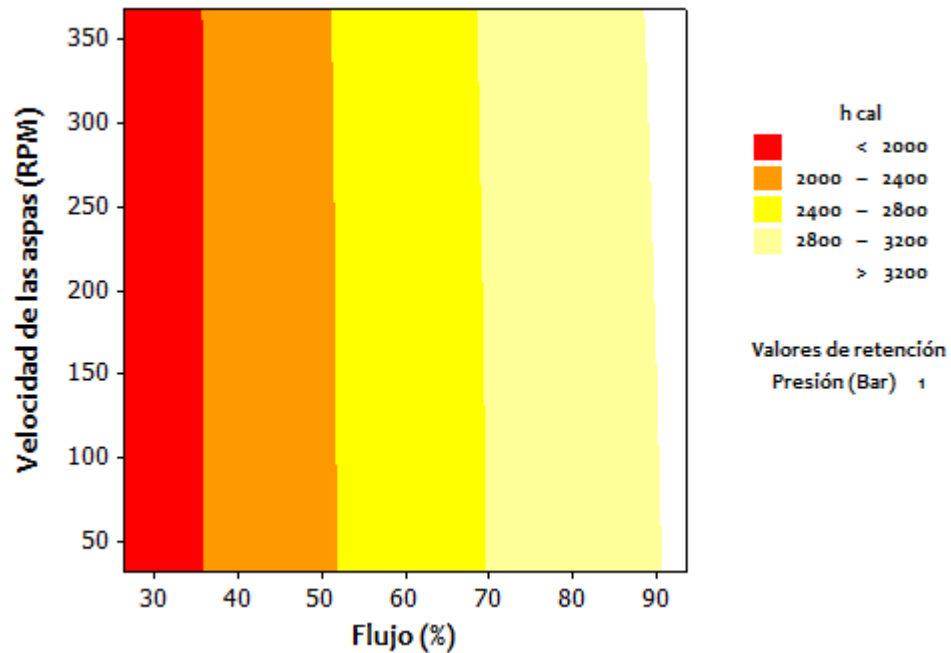


Figura 3.20 Gráfico de contorno h_{cal} ($W/m^2\text{°C}$) vs Flujo (%), Vel. Aspas (RPM)

D'Addio y col., (2011) reportan que independientemente de los métodos numéricos o experimentales para la evaluación del coeficiente convectivo, se observa un cambio drástico en el comportamiento térmico cerca de la entrada y las secciones de salida del intercambiador de superficie raspada.

Cuadro 3.10 Coeficientes convectivos del fluido modelo en la etapa de enfriamiento

Velocidad de flujo (%)	h_p enfriamiento ($W/m^2\text{°C}$)
26.364	1620.41
40	2006.81
60	2494.74
80	2939.20
93.636	3160.76

El coeficiente convectivo del fluido modelo en la etapa de enfriamiento a diferentes tasas de flujo se reporta en el cuadro 3.5, el cual por efecto directo del flujo aumenta cuando aumenta la velocidad dentro del intercambiador, con una velocidad del fluido de enfriamiento (Agua helada) de 8 L/h.

La figura 3.21 muestra dicho efecto, se puede observar que a mayor tasa de flujo la temperatura del fluido modelo en la etapa de enfriamiento tiende a incrementar e inversamente, cabe recalcar que las zonas cercanas a las aspas existe un gradiente de temperatura diferente provocado por la tasa de corte y formación de los vórtices de Taylor que promueven en gran medida la transferencia de energía en el sistema.

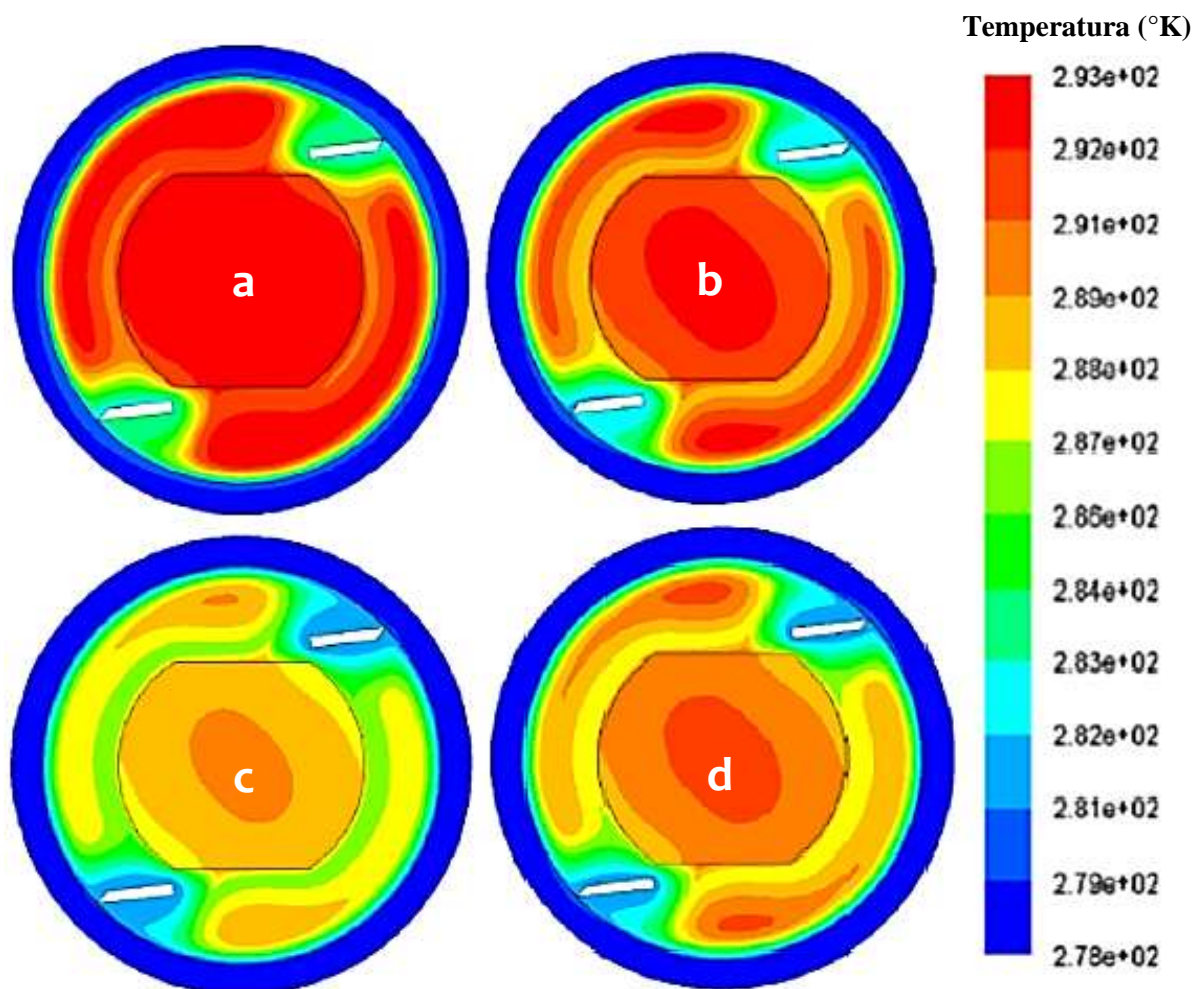


Figura 3.21 Distribución de la temperatura de CMC durante la etapa de enfriamiento (a) t= 20s, (b) t= 40s, (c) t= 60s, (d) t= 80s (Yataghene y col., 2009).

Como se mencionó en las investigaciones de Härrod (1986, 1990), el fenómeno de transferencia de calor en intercambiadores de superficie raspada está relacionado con la retromezcla que es el desplazamiento de la parte del fluido con mayor temperatura hacia atrás por la de menor temperatura. Estos desplazamientos crean una región caracterizada por una mayor velocidad de flujo y una mayor tasa de corte donde la disminución de la viscosidad y la mayor transferencia de energía tienen lugar (D'Addio y col., 2011).

La tasa de flujo es la variable con mayor efecto en la evaluación del coeficiente convectivo debido a que de esta depende la temperatura alcanzada en el proceso de pasteurización así como la temperatura de salida del fluido modelo después del tratamiento térmico. Experimentos realizados por Saraceno y col. (2011) indican coeficientes convectivos para helado entre los 2500 y 4000 $W/m^2\text{ }^\circ C$. APV en 1999 reporta rangos de 1100 a 4550 $W/m^2\text{ }^\circ C$ en fluidos de proceso y para fluidos de servicio 4500 (agua) y 11350 (vapor de agua o amoníaco) $W/m^2\text{ }^\circ C$.

➤ **Vórtices de Taylor**

La complejidad del flujo puede ser explicado por la velocidad de corte en el fluido influenciado por la velocidad de rotación de las espas (Yataghene y col., 2011). Cuando la variación de la velocidad de flujo es significativa hay que considerar el efecto de la velocidad axial en el estudio de la transferencia de energía y flujo de fluidos en el equipo.

En mecánica de fluidos el número de Taylor es un número adimensional que caracteriza la importancia de las fuerzas centrífugas (fuerzas de inercia debidas a la rotación del fluido en la pared del cilindro) con respecto a las fuerzas viscosas.

El cuadro 3.11 muestra que el número de Taylor a las condiciones experimentales del proceso de pasteurización es diferente, dado por el efecto de las propiedades reológicas en ambos cilindros, evaluados a la temperatura media logarítmica, lo que indica que no hubo turbulencia en la capa límite del fluido modelo según indican los criterios presentados por Härrod (1986).

Cuadro 3.11 Número de Taylor generalizado en las etapas de calentamiento y enfriamiento

Velocidad de las aspas (RPM)	Ta _{gen} (Calentamiento)	Ta _{gen} (Enfriamiento)
31.82	3.85	3.08
100	17.15	11.31
200	40.39	26.47
300	66.72	42.67
368.17	85.98	54.25

El aumento del flujo axial tiende a estabilizar la heterogeneidad del fluido dentro del ISR, especialmente en la entrada y salida de los cilindros como se muestra en la figura 3.22.

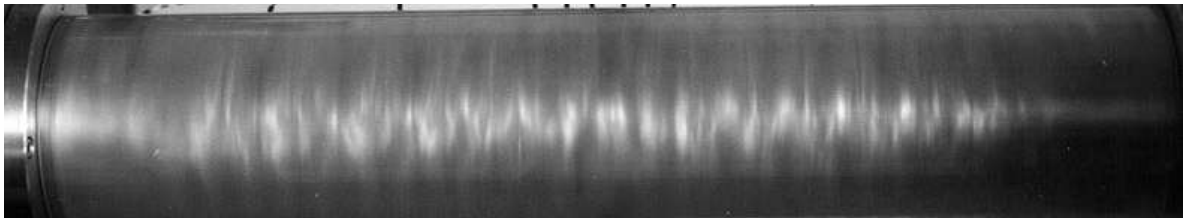


Figura 3.22 Formación de vórtices de Taylor en un ISR (Dumont y col., 2000).

El aumento de la velocidad de rotación facilita la eliminación de películas de fluido en las paredes de los cilindros. El fenómeno de canalización se puede explicar por la acción de la presión axial inducida por la velocidad de rotación de las aspas (Yataghene y col., 2011).

b) COEFICIENTE GLOBAL DE TRANSFERENCIA DE CALOR (U)

El coeficiente global de transferencia de calor tiene en consideración todas las resistencias térmicas en el sistema, las cuales en este estudio fueron la ejercida por el fluido modelo, por el fluido de servicio y la dada por la relación espesor/conductividad del equipo (acero inoxidable ced. 40).

En el cuadro 3.12 se muestran los resultados codificados de la prueba t para los coeficientes de regresión realizada con un $\alpha = 0.10$, considerando el ajuste a un modelo cuadrático,

mostrándose también el valor de p para estos. El valor de R^2 para los coeficientes en función a U_{cal} fue de 99 %. Los valores de p con mayor influencia sobre el U_{cal} es la velocidad de flujo y la presión ($p \geq 0.000$) como es de esperarse en dicho parámetro energético y la velocidad de las aspas tiene un efecto menos significativo con un valor de $P \geq 0.054$ en comparación con las variables anteriores.

En cuanto a términos cuadráticos la presión fue el que tuvo menor efecto significativo ($p \leq 0.905$) y la interacción Vel. Aspas*Presión con un valor de $p \geq 0.836$. A continuación se muestra la ecuación de predicción en función al coeficiente global de transferencia de calor en la etapa de calentamiento en relación a los términos significativos del modelo obtenido:

$$U_{cal} = 519.28 + 3.98x - 0.009y + 12.21z - 0.02x^2 - 0.06xz \quad [3.12]$$

Cuadro 3.12 Coeficientes de regresión codificados para la optimización energética (U_{cal})

Término	Coefficientes	T	P
Constante	701.636	2333.54	0.000
Flujo	35.515	178.179	0.000
Velocidad Aspas	0.392	1.179	0.054
Presión	4.319	21.670	0.000
Flujo²	-7.192	-37.066	0.000
Velocidad Aspas²	0.142	0.732	0.468
Presión²	-0.023	-0.120	0.905
Flujo*Vel. Aspas	0.209	0.801	0.427
Flujo*Presión	-0.601	-2.308	0.025
Vel. Aspas*Presión	0.054	0.209	0.836

La figura 3.23 muestra el efecto de la presión del vapor sobre el coeficiente global de transferencia de calor es muy significativo y no presenta interacción con la velocidad de flujo en los intervalos de medición experimentales.

Nogami y col., (2010) presentan un estudio de coeficiente global de transferencia en un intercambiador de superficie raspada en función de la velocidad de las aspas, dicho trabajo reporta que a los intervalos de velocidad estudiados en este diseño experimental la velocidad de rotación no tiene un efecto significativo en dicho parámetro energético.

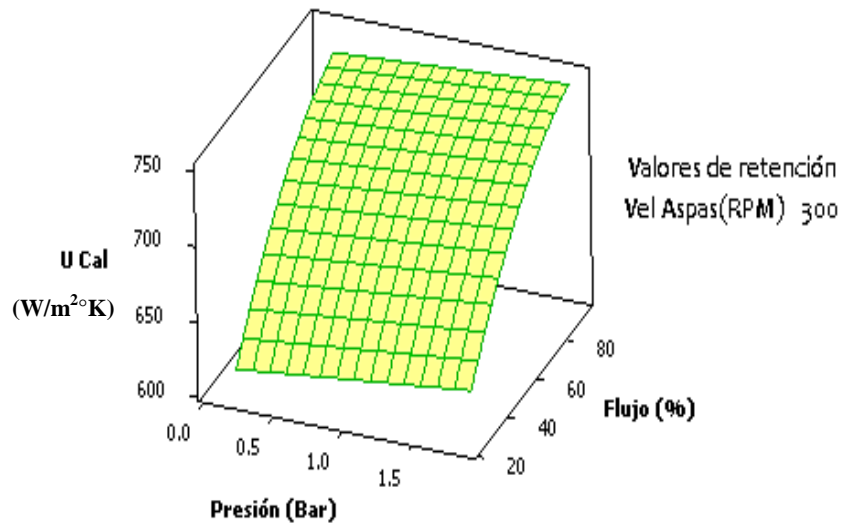


Figura 3.23 Interacción velocidad de flujo y presión en el coeficiente global

La figura 3.24 muestra que al aumentar la presión del vapor la eficiencia energética aumenta, dada por el aumento en el coeficiente convectivo del vapor en función de su temperatura con intervalos de 695 a 710 W/m^2C en un valor de retención intermedio de 60% de velocidad de flujo en el equipo.

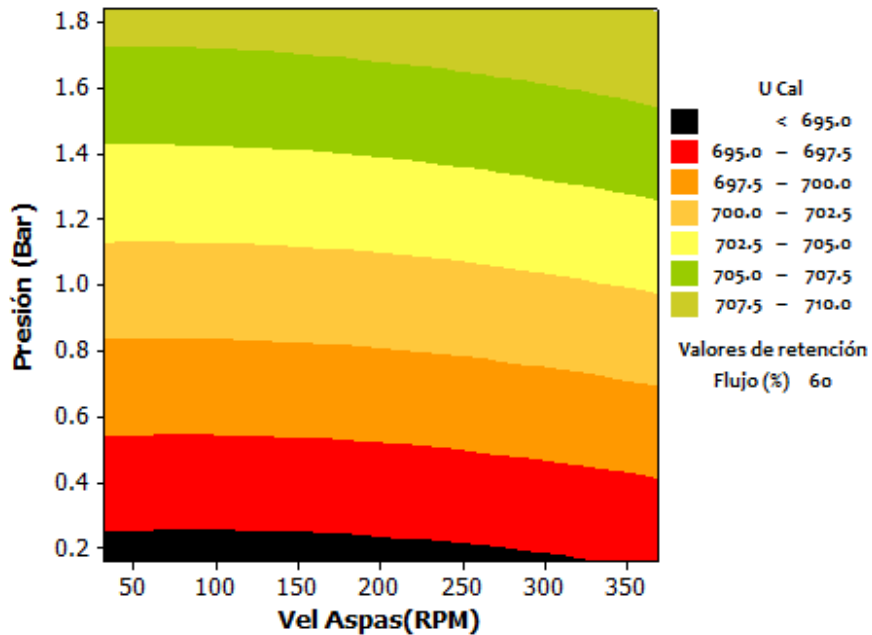


Figura 3.24 Gráfico de contorno U_{cal} (W/m^2C) vs Vel. Aspas (RPM), Presión (Bar)

Los valores de coeficiente global de transferencia en la etapa de enfriamiento son importantes ya que de ello depende un buen proceso de pasteurización, es decir que el producto tenga un cambio drástico de temperatura para su posterior almacenamiento y conservación en refrigeración. Los valores obtenidos en esta etapa del proceso se muestran en el cuadro 3.13 a las diferentes tasas de flujo del diseño experimental.

Cuadro 3.13 Coeficientes globales de transferencia en la etapa de enfriamiento

Velocidad de flujo (%)	U enfriamiento (W/m ² °C)
26.364	336.87
40	345.54
60	357.62
80	367.17
93.636	375.21

Yataghene y col. (2009) informaron disipaciones viscosas que se producen en zonas de mayor tasa de corte cerca de las aspas y en las secciones de entrada y salida de los cilindros del intercambiador las cuales dan aumento de la temperatura local por consiguiente una disminución de la viscosidad, lo que indirectamente aumenta el coeficiente convectivo del fluido de proceso y el coeficiente de transferencia de calor (D'Addio y col., 2011).

La interacción entre el flujo en el intercambiador y la velocidad de las aspas obtenido en el diseño es nulo ya que como se muestra en la figura 3.25 la tasa de flujo tiene un efecto directo sobre el coeficiente global de transferencia entre los 630 y 740 W/m²°C a un valor de retención intermedio de presión del vapor de 1 Bar.

La figura 3.25 representa la interacción del flujo y la velocidad de las aspas sobre el coeficiente global de transferencia de calor el cual muestra independencia con respecto a la velocidad de las aspas. APV en 1999 reporta valores de coeficiente global de transferencia de calor entre los 850 a 2400 W/ m² °C, los cuales sirvieron de partida para establecer las condiciones óptimas del proceso de pasteurización en base a su comportamiento energético.

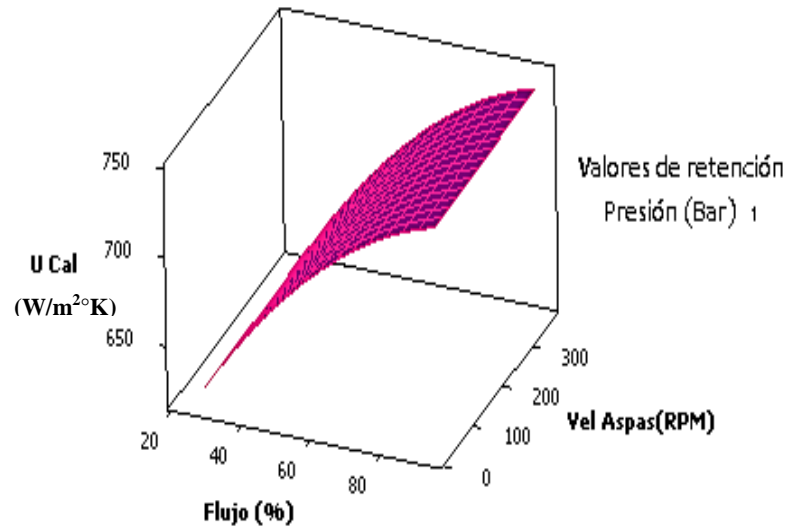


Figura 3.25 Interacción flujo y velocidad de las aspas sobre el coeficiente global

La figura 3.26 muestra la interacción entre la tasa de flujo y la presión del vapor sobre el coeficiente global de transferencia, la cual muestra una interacción poco relevante pero una dependencia considerable entre la presión y el “U” obtenido en el diseño.

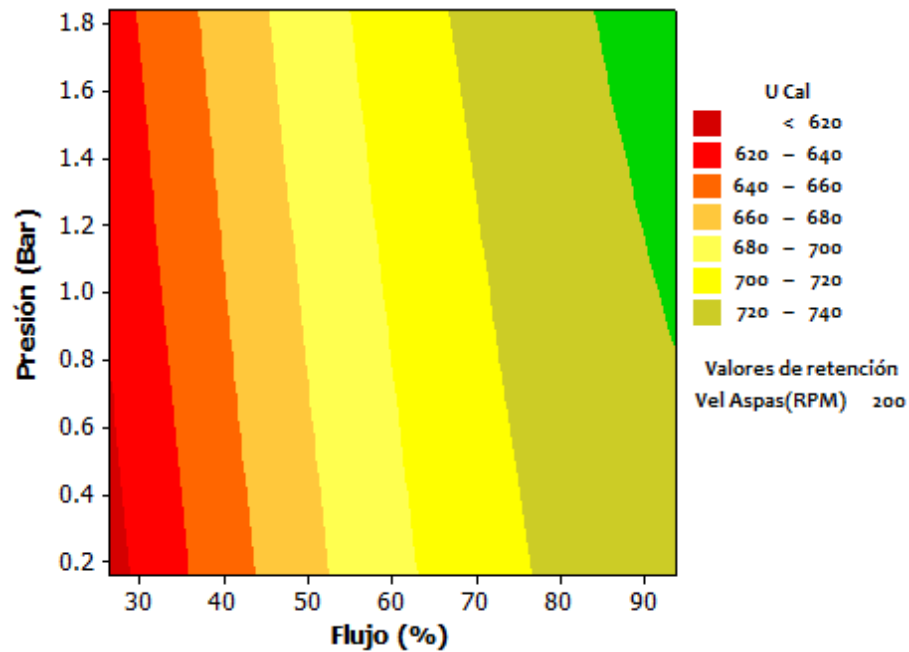


Figura 3.26 Gráfico de contorno U_{cal} ($W/m^2 \cdot ^\circ C$) vs Flujo (%), Presión (Bar).

Nogami y col. (2011) reportan coeficientes globales de transferencia en intervalos de 0 a 400 RPM entre los 1200 a 1600 W/m²°C en sistemas agua – agua, 2500 a 5000 W/m²°C para sistemas agua – vapor y de 35 W/m²°C para sistemas aire – agua. Cabe mencionar que los flujos de agua que se evaluaron en esta experimentación fueron de 300 a 600 L/h.

c) CONDICIONES ÓPTIMAS DE PROCESO

Debido a la necesidad de evaluar la interacción y efecto de las variables independientes fue necesario obtener el coeficiente convectivo del fluido modelo, de los fluidos de servicio y la relación espesor/conductividad con el fin de establecer las condiciones óptimas mediante un diseño central compuesto. Las condiciones frontera establecidas fueron:

- ✓ Coeficiente convectivo de calentamiento (2800 – 3000 W/m²°C)
- ✓ Coeficiente global de transferencia de calor (720 – 740 W/m²°C)

Como se observa en la figura 3.27 los contornos sobrepuestos muestran la región posible en la que ambos parámetros energéticos son posibles en los intervalos requeridos.

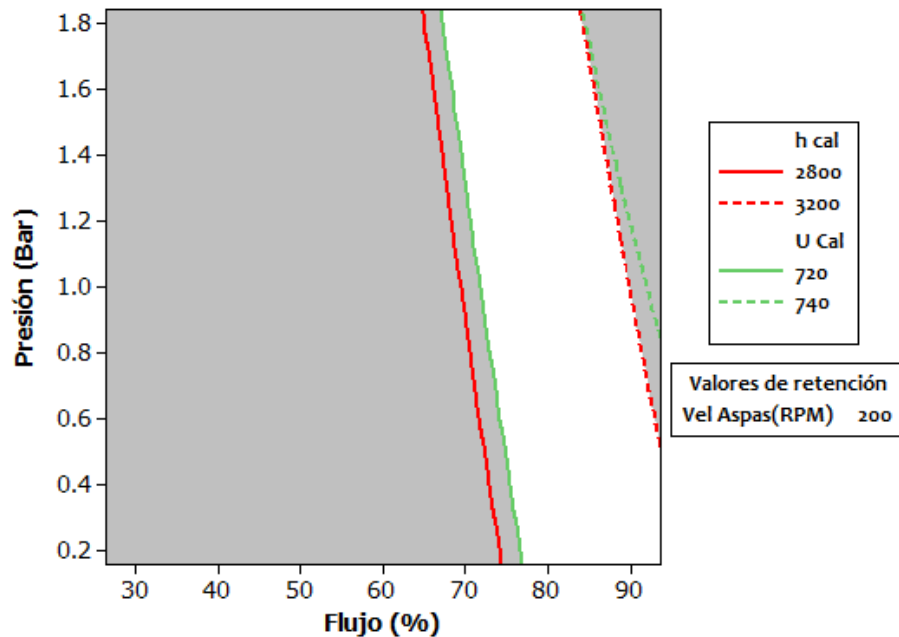


Figura 3.27 Gráfico de contornos sobrepuestos U_{cal} (W/m²°C) y h_{cal} (W/m²°C).

Una vez resueltas las ecuaciones canónicas del diseño central compuesto se encontró un compuesto conveniencia de 0.94592 el cual se muestra en la figura 3.28, lo cual muestra que los valores óptimos obtenidos estarán en esos niveles a las condiciones frontera e iniciales del sistema.

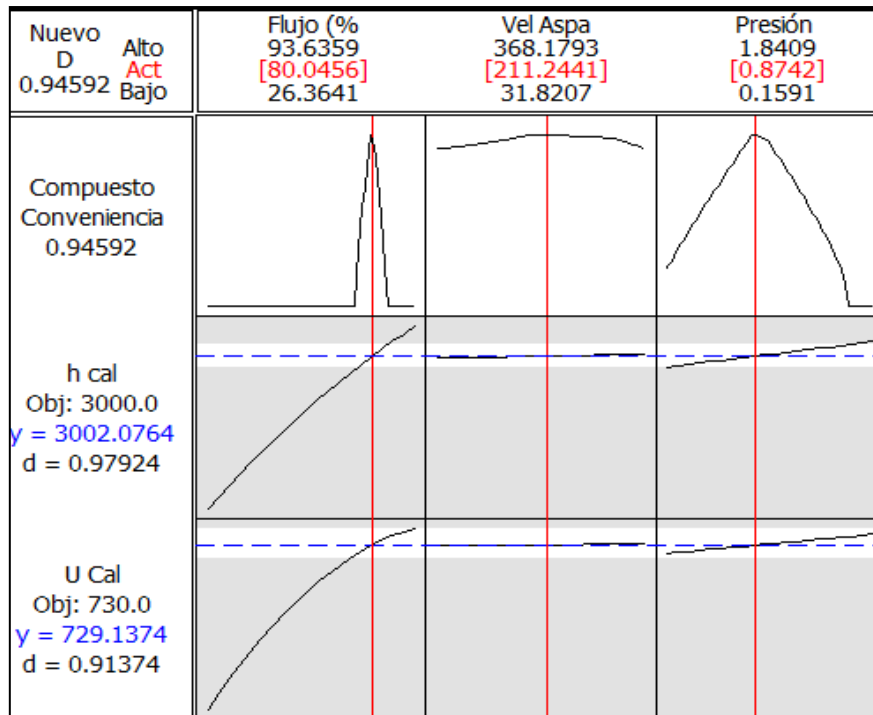


Figura 3.28 Compuesto conveniencia para la optimización energética.

Condiciones óptimas obtenidas mediante los parámetros energéticos de calentamiento (coeficiente convectivo y coeficiente global de transferencia de calor)

$$\text{Flujo}(\%) = 80$$

$$\text{Velocidad de las aspas (RPM)} = 211$$

$$\text{Presión del vapor (Bar)} = 0.9$$

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La metodología de superficie de respuesta fue capaz de establecer las condiciones óptimas del proceso de pasteurización del fluido modelo, demostrando que tanto para el estudio cinético como el energético la variable de mayor significancia fue la velocidad del flujo y la de menor la velocidad de las aspas.

El factor que tiene mayor significancia en la determinación de la distribución de tiempos de residencia es la velocidad de flujo, por lo que su control será de utilidad para evaluar adecuadamente el comportamiento cinético del sistema, como se observa en el efecto de dicha variable en la degradación del β – caroteno durante el tratamiento térmico que fue descrita mediante la cinética de primer orden y la relación de Arrhenius (E_a y k).

Los resultados energéticos obtenidos mostraron que ambos coeficientes (h_{cal} y U_{cal}) muestran dependencia directa con la velocidad de flujo y la presión del vapor en el sistema, así mismo las interacciones entre estas dos variables deben ser cuidadosamente analizadas, considerando la velocidad de las aspas como un factor secundario más no poco significativo en la evaluación térmica del sistema.

La aplicación de la metodología de superficie de respuesta en la optimización energética y cinética de procesos asépticos es hoy en día de gran difusión y consolidación, principalmente debido a sus ventajas para optimizar una variable en función de tiempo, tales como la generación de grandes cantidades de información de un pequeño número de experimentos y la posibilidad de evaluar el efecto de interacción entre las variables de la respuesta, por lo cual se recomienda utilizar diferentes fluidos modelos e indicadores térmicos para contrastar los modelos obtenidos en el presente trabajo experimental.

BIBLIOGRAFÍA

- 1) Abdelrahim, K. A., & Ramaswamy, H. S. (1995). High temperature/pressure rheology of carboxymethyl cellulose (CMC). *Food Research International*, 28(3), 285-290.
- 2) Ahmed, J., Shivhare, U. S., & Singh, P. (2004). Colour kinetics and rheology of coriander leaf puree and storage characteristics of the paste. *Food Chemistry*, 84(4), 605-611.
- 3) Alhamdan, A., & Sastry, S. (1997). Residence time distribution of food and simulated particles in a holding tube. *Journal of Food Engineering*, 34(3), 271-292.
- 4) APV Crepaco, Inc. (1999). SSHE Handbook; Design & application of scraped surface heat exchangers, U.S.A.
- 5) Ávila, I. M. L. B., & Silva, C. L. M. (1999). Modelling kinetics of thermal degradation of colour in peach puree. *Journal of Food Engineering*, 39(2), 161-166.
- 6) Ben Lakhdar, M., Cerecero, R., Alvarez, G., Guilpart, J., Flick, D., & Lallemand, A. (2005). Heat transfer with freezing in a scraped surface heat exchanger. *Applied Thermal Engineering*, 25(1), 45-60.
- 7) Benkhelifa, H., Alvarez, G., & Flick, D. (2008). Development of a scraper-rheometer for food applications: Rheological calibration. *Journal of Food Engineering*, 85(3), 426-434.
- 8) Bezerra, M. A., Santelli, R. E., Oliveira, E. P., Villar, L. S., & Escaleira, L. A. (2008). Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *Talanta*, 76(5), 965-977.
- 9) Boccardi, G., Celata, G. P., Lazzarini, R., Saraceno, L., & Trinchieri, R. (2010). Development of a heat transfer correlation for a scraped-surface heat exchanger. *Applied Thermal Engineering*, 30(10), 1101-1106.
- 10) Box, G. E. P., & Wilson, K. B. (1951). On the experimental attainment of optimal conditions. *Journal of the Royal Statistical Society, B*, 13, 1-45.
- 11) Broniarz-Press, L., & Pralat, K. (2009). Thermal conductivity of newtonian and non-newtonian liquids. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 52(21-22), 4701-4710.

- 12) Brown M. E. (2003). Handbook of thermal analysis and calorimetry vol. 1 Principles and practice. U.S.A. Elsevier.
- 13) Chutintrasri, B., & Noomhorm, A. (2007). Color degradation kinetics of pineapple puree during thermal processing. *LWT – Food Science and Technology*, 40(2), 300-306.
- 14) D'Addio, L., Carotenuto, C., Di Natale, F., & Nigro, R. (2011). A new arrangement of blades in scraped surface heat exchangers for food pastes. *Journal of Food Engineering*, 108(2012), 143–149.
- 15) Del Castillo, E., & Semple, J. (2000). Discussion on 'Carlyle W. M., Montgomery D. C., Runger G., Optimization problem and method in quality control and improvement'. *Journal of Quality Technology*, 32(1), 20–23.
- 16) Dilay, E., Vargas, J. V. C., Amico, S. C., & Ordonez, J. C. (2006). Modeling, simulation and optimization of a beer pasteurization tunnel. *Journal of Food Engineering*, 77(3), 500-513.
- 17) Dumont, E., Fayolle, F., & Legrand, J. (2000). Flow regimes and walls heat rates determination within a scraped surface heat exchanger. *Journal of Food Engineering*, 45(4), 195-207.
- 18) Dutta, D., Dutta, A., Raychaudhuri, U., & Chakraborty, R. (2006). Rheological characteristics and thermal degradation kinetics of beta-carotene in pumpkin puree. *Journal of Food Engineering*, 76(4), 538-546.
- 19) Fitt, A. D., Lee, M. E. M., & Please, C. P. (2007). Analysis of heat flow and "channelling" in a scraped-surface heat exchanger. *Journal of Engineering Mathematics*, 57(4), 407-422.
- 20) Geankoplis, C. J. (1998). Transport process and unit separation. Englad: CECSA.
- 21) Härröd, M. (1986). A literature survey of flow patterns, mixing, residence time distribution heat transfer and power requirements. *Journal of Food Process Engineering*. (9), 1-62.
- 22) Härröd, M. (1990). Methods to distinguish between laminar and vortical flow in scraped surface heat exchanger. *Journal of Food Process Engineering*, (13), 39-57.

- 23) Ibarrola, J. J., Sandoval, J. M., García-Sanz, M., & Pinzolas, M. (2002). Predictive control of a high temperature-short time pasteurization process. *Control Engineering Practice*, 10(7), 713-725.
- 24) Kwak, J. (2005). Application of taguchi and response surface methodologies for geometric error in surface grinding process. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 45(3), 327-334.
- 25) Lee, D., & Irvine Jr., T. F. (1997). Shear rate dependent thermal conductivity measurements of non-newtonian fluids. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 15(1), 16-24.
- 26) Levenspiel, O. (1999). Chemical reaction engineering. New York: John Wiley and Sons, Inc.
- 27) Mabit, J., Fayolle, F., & Legrand, J. (2003). Shear rates investigation in a scraped surface heat exchanger. *Chemical Engineering Science*, 58(20), 4667-4679.
- 28) Mabit, J., Loisel, C., Fayolle, F., & Legrand, J. (2004). Relation between mechanical treatment of starch and flow conditions in a scraped surface heat exchanger. *Food Research International*, 37(5), 505-515.
- 29) Mabit, J., Belhamri, R., Fayolle, F., & Legrand, J. (2008). Development of a time temperature integrator for quantification of thermal treatment in scraped surface heat exchangers. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 9(4), 516-526.
- 30) Marx, M., Stuparic, M., Schieber, A., & Carle, R. (2003). Effects of thermal processing on trans-cis-isomerization of β -carotene in carrot juices and carotene-containing preparations. *Food Chemistry*, 83(4), 609-617.
- 31) Montgomery, D. C. (2001). Design and analysis of experiment (5th ed.). New York: Wiley.
- 32) Mukherjee, I., & Ray, P. K. (2006). A review of optimization techniques in metal cutting processes. *Computers and Industrial Engineering*, 50(1-2), 15-34.
- 33) National Advisory Committee on Microbiological Criteria for Foods. (2006). Requisite scientific parameters for establishing the equivalence of alternative methods of pasteurization. *Journal Food Protection*, 69(5), 1190–1216.

- 34) Nogami, H., Aonuma, K., & Chiba, Y. (2010). Development of heat exchanger with new mechanism of scraping temperature boundary layer. *ISIJ International*, 50(9), 1276-1281.
- 35) Pinheiro Torres, A., & Oliveira, F. A. R. (1998). Residence time distribution studies in continuous thermal processing of liquid foods: A review. *Journal of Food Engineering*, 36(1-4), 1-30.
- 36) Qiu, D., Chen, Z. & Li, H. (2009). Effect of heating on solid β -carotene. *Food Chemistry*, 112(2), 344-349.
- 37) Ramaswamy, H. S., Abdelrahim, K. A., Simpson, B. K., & Smith, J. P. (1995). Residence time distribution (RTD) in aseptic processing of particulate foods: A review. *Food Research International*, 28(3), 291-310.
- 38) Richardson, P. (2004). Improving the thermal processing of foods. Cambridge Englad: CRC Press.
- 39) Russell, A. B., Burmester, S. S. H., & Winch, P. J. (1997). Characterization of shear thinning flow within a scraped surface heat exchanger. *Food and Bioproducts Processing: Transactions of the Institution of Chemical Engineers, Part C*, 75(3), 191-197.
- 40) Saraceno, L., Boccardi, G., Celata, G. P., Lazzarini, R., & Trinchieri, R. (2011). Development of two heat transfer correlations for a scraped surface heat exchanger in an ice-cream machine. *Applied Thermal Engineering*, 31(17-18), 4106-4112.
- 41) Semmar, N., Tanguier, J. L., & Rigo, M. O. (2004). Analytical expressions of specific heat capacities for aqueous solutions of CMC and CPE. *Thermochimica Acta*, 419(1-2), 51-58.
- 42) Simpson, R. (2009). Engineering aspects of thermal food processing. USA: CRC Press.
- 43) Sun, Da-Wen. (2006). Thermal food processing new technologies and quality issues. Florida: CRC Press.
- 44) Van Boekel, M. A. J. S. (2009). Kinetic modeling of reactions in foods. USA: CRC Press.

- 45) Webb, D. R., Fahrner, M., & Schwaab, R. (1996). The relationship between the Colburn and Silver methods of condenser design. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 39(15), 3147-3156.
- 46) Wichterle, K. (1996). Colburn analogy for heat transfer in non-newtonian liquids. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 23(2), 287-292.
- 47) Yataghene, M., Fayolle, F., & Legrand, J. (2009). Experimental and numerical analysis of heat transfer including viscous dissipation in a scraped surface heat exchanger. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 48(10), 1447-1458.
- 48) Yataghene, M., Francine, F., & Jack, L. (2011). Flow patterns analysis using experimental PIV technique inside scraped surface heat exchanger in continuous low condition. *Applied Thermal Engineering*, 31(14-15), 2855-2868.
- 49) Yuan, Y., Gao, Y., Mao, L., & Zhao, J. (2008). Optimization of conditions for the preparation of β -carotene nanoemulsions using response surface methodology. *Food Chemistry*, 107(3), 1300-1306.
- 50) Zambrano-Zaragoza, M. L., Mercado-Silva, E., Gutiérrez-Cortez, E., Castaño-Tostado, E., & Quintanar-Guerrero, D. (2011). Optimization of nanocapsules preparation by the emulsion-diffusion method for food applications. *LWT - Food Science and Technology*, 44(6), 1362-1368.